

## FRANÇAIS

### Développements récents de l'imagerie en microscopie électronique par transmission ..... 449 T. Épiciér

Nous présentons une revue des récents développements de la microscopie électronique par transmission en matière d'imagerie. Une première partie est consacrée aux applications en mode « image » : intérêt de l'émission de champ, « contraste en Z », microscopie à haute résolution quantitative et techniques de reconstruction. La seconde partie est dédiée au mode « diffraction » : techniques de faisceau convergent et « cristallographie électronique ».

### Caractérisation quantitative en MET des précipités durcissants dans des alliages d'aluminium de la série 6XXX ..... 463 M. Tanaka, T. Warner

La précipitation durcissante dans un alliage AA6056 à l'état désensibilisé à la corrosion intergranulaire (T78) est caractérisée en comparaison avec celle d'alliages AA6013 et AA6082. Pour obtenir des informations quantitatives, l'analyse d'image est appliquée à des images en champ sombre et à des diagrammes de diffraction à aire sélectionnée (SADPs), ainsi que la spectroscopie EDX sans échantillon témoin. Il est montré notamment que les précipités aussi bien en forme d'aiguille qu'en forme de latte ont une composition similaire (sauf l'aluminium, dont la teneur reste indéterminée dans cette étude) entre eux et, de plus, elle est proche de celle de la plupart des précipités aux joints de grains, normalement plus avancés dans la cinétique de précipitation.

### Propriétés mécaniques des alliages biphasés : l'apport des essais en MET in situ ..... 471 F. Louchet

L'intérêt des expériences de déformation in situ en MET est de mettre en évidence les mécanismes de dislocations contrôlant les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau. L'application de cette technique aux matériaux biphasés est illustrée par divers exemples où la déformation est contrôlée soit par la propagation de dislocations (franchissement de précipités par exemple), soit par leur germination (sources aux interfaces).

### Analyse de dispositifs en microélectronique par microscopie électronique en transmission à haute résolution ..... 477 E. Gautier, V. Dashtizadeh, T. Épiciér, C. Esnouf, G. Brémond, C. Plossu

Durant ces cinq dernières années, les performances des dispositifs de microélectronique ont augmenté de manière importante avec l'introduction de nouvelles technologies, mais aussi grâce à une diminution latérale de la taille des composants. Dans ce contexte de miniaturisation incessante, le microscope électronique à transmission (MET) et la technique d'imagerie à haute résolution sont de plus en plus utilisés par l'industrie de la microélectronique pour le développement de nouveaux procédés, pour le contrôle et l'analyse dimensionnelle ainsi que pour l'étude des défauts à l'échelle du nanomètre. Parallèlement à ces progrès sur les composants, des techniques de préparation d'échantillons pour le MET compatibles avec les exigences du monde industriel ont été développées et ouvrent de nouvelles perspectives. Dans cet article, nous présentons

les techniques de préparation des lames minces. Puis nous montrons au travers d'exemples en quoi l'image à haute résolution permet de répondre à des problèmes industriels. La complémentarité entre plusieurs techniques disponibles sur un MET moderne sera illustrée.

### Analyse chimique par les spectroscopies X et d'électrons ..... 495 C. Esnouf

Cet article est consacré à la présentation et à l'illustration des méthodes d'analyse fondées sur l'utilisation d'une sonde électronique. Les quatre techniques de base présentées sont successivement : la spectroscopie de dispersion de l'énergie des rayons X (EDS), la spectroscopie de dispersion des longueurs d'onde (WDS), la spectroscopie de pertes d'énergie des électrons transmis (EELS) et enfin la spectroscopie Auger (AES). Les limitations et les avantages de chacune d'elles seront exposées.

### Étude par cartographies spectrales EDX de l'oxydation d'un système de barrière thermique ..... 507 R. Molins, C. Guerre, L. Rémy

Le système de barrière thermique étudié se compose d'un revêtement céramique en zircone yttrié et d'une sous-couche d'accrochage en aluminium de nickel modifié au platine, déposés sur un superalliage à base de nickel. Les mécanismes d'endommagement d'un système de barrière thermique sont étroitement liés à la stabilité microstructurale et chimique des différentes couches ainsi qu'à la tenue des interfaces entre la céramique et le substrat. Le système à l'état brut de dépôt et après des traitements d'oxydation à 1 100°C a été caractérisé en MET grâce à l'acquisition et l'exploitation de cartographies spectrales. D'importantes modifications se produisent (précipitation, transformations de phases) suite au processus d'oxydation et à de nombreux phénomènes d'interdiffusion.

### Les nouvelles performances de la microscopie électronique au service de la métallurgie moderne : cas des aciers multiphasés ..... 513 W. Saikaly, X. Bano, C. Issartel G. Rigaut, A. Charai

Les techniques de microscopie électronique et de microanalyse du Centre CP2M ont été utilisées pour l'étude des phénomènes complexes de précipitation dans un acier dual-phase au titane. Les nitrures, carbures et carbonitrures de titane ont été caractérisés à l'échelle microscopique et nanoscopique au moyen d'observations sur répliques au carbone avec extraction et sur lames minces. Ces composés précipitent de manière hétérogène sur des particules préexistantes (CaS, TiN). Des lames minces ont également été observées dans un microscope à balayage équipé d'un canon à émission de champ et d'un détecteur d'électrons transmis.

### Spectroscopie de pertes proches : quelques exemples d'application en science des matériaux ..... 523 M.-C. Cheynet

La spectroscopie de pertes proches (SPP) exploite le signal résultant de l'interaction des électrons d'un faisceau incident avec les électrons de valence ou de conduction du matériau. L'analyse de ce signal en termes d'énergie de « plasmon », de fonction de perte d'énergie ou de fonction diélectrique renseigne sur la structure électronique et la liaison chimique de l'échantillon. Lorsqu'on couple cette technique à la microscopie électronique en transmission à haute résolution spatiale et haute résolution en énergie (STEM-VG HB50 1) on obtient

un outil très pertinent qui permet d'atteindre des informations déterminantes, à l'échelle du nanomètre. Les performances de cette technique sont illustrées dans cet article à partir de trois exemples empruntés à la science des matériaux.

**Caractérisations par AFM, MET et nano-indentation de la déformation plastique de films et multicouches métalliques ..... 535**  
[M. Verdier](#)

Dans cette communication, nous présentons des observations expérimentales concernant la déformation plastique de multicouches métalliques d'échelles submicrométriques. A mesure que l'échelle de longueur de la structure diminue vers l'échelle nanométrique, on observe une modification des mécanismes de déformation. La plasticité est alors plus homogène, par contraste avec la localisation des dislocations dans les bandes de cisaillement traditionnellement observée pour des échelles plus grandes. Les techniques de champ proche (AFM, nano-indentation) sont utilisées en plus de moyens classiques de caractérisation de la déformation plastique.

**Physico-chimie des surfaces « polygomères » par mesures de forces AFM ..... 541**  
[C. Devaux, J.-P. Chapel](#)

Le microscope AFM est utilisé ici comme appareil de mesure de forces de surface à l'échelle nanoscopique. Nous montrons sur des exemples simples que les courbes de force (nN) en fonction de la distance (nm) obtenues sont une signature de la physico-chimie des surfaces en interaction. À partir de ce genre de courbes, les aspects chimiques, frictionnels (mobilité) et « mécaniques » de l'extrême surface peuvent être étudiés.

**MEBS et MAPS : développements récents en cartographie des microstructures ..... 551**  
[J. Driver](#)

Nous passons en revue des développements récents en microscopie électronique à balayage (MEB) en soulignant la tendance actuelle de rechercher des données quantitatives sous forme de cartographies : de composition chimique (par EDS et WDS), d'orientation cristalline (par EBSD) et des déformations (par microextensométrie). Les cartographies permettent des analyses en termes de distributions de taille, d'orientation et de composition et donc des descriptions quantitatives complètes des microstructures. Dans ce contexte les nouveaux MEB-FEG (source d'électrons à émission de champ) joueront un rôle important dans l'avenir.

**Contributions de la microscopie électronique à balayage ..... 561**  
[F. Oudet](#)

Depuis son introduction au début des années 1980, la microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM, Environmental Scanning Electron Microscopy) constitue un outil particulièrement pertinent pour l'étude des échantillons délicats en Sciences de la Vie. Depuis, les potentialités de cet appareillage (pas ou peu de préparation d'échantillon, possibilité d'études dynamiques ou de réactivité...) intéressent un nombre croissant de microscopistes dans les domaines traditionnels des matériaux. Nous présentons quelques applications typiques de l'ESEM concernant les matériaux métalliques.

**La microextensométrie : un outil de la mécanique des matériaux ..... 567**  
[T. Bretheau, J. Crépin, P. Doumalin, M. Bornert](#)

On présente ici une technique expérimentale, tant qualitative que quantitative, permettant de caractériser le champ de déformation dans un matériau hétérogène, sur un domaine représentatif de sa

microstructure. Cette technique utilise la microscopie électronique à balayage, la microélectrolithographie, l'analyse d'image et des moyens d'essais mécaniques in situ. Si elle permet, en relation avec une analyse microstructurale, de mettre en évidence les différents mécanismes responsables de la plasticité et/ou de l'endommagement des matériaux, son utilisation quantitative en fait un outil essentiel de validation des modèles de prédiction de comportement, que ce soit à l'échelle locale ou à l'échelle macroscopique. Enfin la connaissance du champ de déplacement expérimentalement mesuré permet d'améliorer sensiblement le résultat des simulations numériques par éléments finis par une meilleure prise en compte des conditions aux limites imposées sur le bord de la cellule modélisée.

**ENGLISH**

**Recent developments in transmission electron microscopy imaging ..... 449**  
[T. Épicier](#)

A review of recent developments in imaging with a transmission electron microscope is proposed here. A first part is devoted to applications in the "imaging" mode : interest of field emission, "Z-contrast", quantitative high resolution electron microscopy and reconstruction techniques. A second part will deal with the "diffraction" mode : convergent beam diffraction and "electron crystallography".

**Quantitative TEM study of hardening precipitates in 6XXX aluminum alloys ..... 463**  
[M. Tanaka, T. Warner](#)

Hardening precipitation in an intergranular-corrosion desensitized alloy, AA6056-T78, is characterized in comparison with that in AA6013 and AA6082 alloys. To extract quantitative information, image-analysis is applied to dark-field images and selected-area diffraction patterns, along with standardless EDX spectroscopy. The central result is that both needle-shaped and lath-shaped precipitates have a similar chemical composition (except for Al content remaining undetermined in this study) to each other and, furthermore, to that of most of the grain boundary precipitates, normally in a more advanced state of precipitation kinetics than those in the grains.

**Mechanical properties of biphased alloys : TEM in situ straining experiments ..... 471**  
[F. Louchet](#)

TEM in situ straining experiments are of high interest in evidencing the dislocation mechanisms responsible for the macroscopic behaviour of materials. The application of this technique to biphased materials is illustrated here through various examples in which deformation is controlled either by dislocation propagation (e.g. precipitate overcoming) or by dislocation nucleation (e.g. interfacial sources).

**Micro-electronic devices analysis by high resolution transmission electron microscopy ..... 477**  
[E. Gautier, V. Dashtizadeh, T. Épicier, C. Esnouf, G. Brémond, C. Plossu](#)

During the last 5 years, the semi-conductor industry has enhanced device performances by scaling down the feature sizes and by introduction of new technologies. Transmission electron microscopy with high resolution images (HREM) has become an indispensable tool for analyzing devices structure at nanoscale, for failures analysis, defects review and manufacture controlling. In parallel to this progress on the devices, the sample preparation techniques for MET compatible

with the requirements of the industrial world were developed and open new prospects. In this paper, we present these techniques of sample preparation. Then we show examples in what high resolution images make it possible to answer industrial problems.

**Chemical analysis using X-ray and electron spectroscopies** ..... 495  
C. Esnouf

This paper is mainly devoted to the presentation and the illustration of chemical microanalysis methods. Four basic techniques will be successively presented: the energy dispersive X-rays spectroscopy (EDS), the wave dispersive spectroscopy of X-rays (WDS), the electron energy loss spectroscopy (EELS) and the Auger spectroscopy (AES). For each of them, the limitations and advantages will be presented.

**Study by EDX spectral cartography of the oxidation of a thermal barrier coating** ..... 507  
R. Molins, C. Guerre, L. Rémy

The degradation of a thermal barrier coating is closely linked to the microstructural and chemical stability of the complex system and of its interfaces. The coating in the as-received condition as well as the modifications during isothermal oxidation at 1100°C were characterized using TEM and spectral mapping. Significant modifications (precipitation, phase transformations) occurred as a consequence of the oxidation process and interdiffusion phenomena.

**Powerful microscopy techniques available for resolving complex microstructure in multiphase steels** ..... 513  
W. Saikaly, X. Bano, C. Issartel G. Rigaut, A. Charai

The electron microscopy and microanalysis techniques available at the CP2M Centre have been used to study the complex precipitation phenomena in a titanium-containing dual phase steel. Nitrides, carbides and carbonitrides of titanium have been characterized at microscopic and nanoscopic scales using carbon extraction replicas and thin foils. Precipitation occurred mainly heterogeneously on existing particles (CaS, TiN). Thin foils have also been examined in a new scanning electron microscope with a field emission gun.

**Low energy loss spectroscopy : applications in materials** ..... 523  
M.-C. Cheynet

The low energy loss spectroscopy interpretes the signal resulting from the excitation of the valence or conduction electrons of a material under the impact with an electron beam. The analysis of this signal in terms of plasmon energy, low-loss function or dielectric function gives a lot of informations about the electronic structure and the chemical bonding of the sample. When this spectroscopy is connected with a field emission gun scanning transmission electron microscope (STEM-VG HB501) it constitutes a very relevant tool to solve material problems for which nanoanalytical investigations are of prime importance. These performances are illustrated by three examples.

**AFM, TEM and nanoindentation characterizations of plastic deformation in metallic multilayers** ..... 535  
M. Verdier

This communication presents experimental observations of plastic deformation in submicronic metallic multilayers. As the length scale decreases down to the nanometer range, we evidence a major change in deformation mechanisms, plasticity becoming less localized as in traditional slip bands of dislocations. AFM and nanoindentation techniques are used in conjunction with more standard techniques to characterize plastic deformation.

**Physical-chemistry of "polygomer" surfaces through AFM force measurements** ..... 541  
C. Devaux, J.-P. Chapel

AFM microscope is used here as a surface forces apparatus at the nanometer scale. We show through several examples that the curves forces (nN) vs. distance (nm) obtained are the physico-chemical signature of the interacting surfaces. From such a curve, chemical, frictional (mobility) and mechanical top surface aspects can be studied.

**SEMS and MAPS : recent developments in microstructure mapping** ..... 551  
J. Driver

Recent developments in Scanning Electron Microscopy (SEM) are reviewed paying particular attention to the modern tendency to determine quantitative data in the form of microstructure maps : of chemical composition (EDS and WDS), of crystal orientation (EBSD) and of the deformation (microextensometry). The maps are then used to provide complete, quantitative microstructural analyses in terms of the size, orientation and composition distributions. In this context the new SEM-FEGs have an important role to play.

**Contributions of environmental scanning electron microscopy to the characterization of metallic materials** ..... 561  
F. Oudet

Since its introduction in the early eighties, Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM) proved a particularly useful tool in the characterisation of delicate samples mainly in the field of life sciences. Now, the potential of this equipment (no or little sample preparation, possible dynamic observation and reactivity studies...) is more and more employed in traditional materials domains. Some typical applications of ESEM concerning metallic compounds are presented.

**Microextensometry : a tool for the mechanics of materials** ..... 567  
T. Bretheau, J. Crépin, P. Doumalin, M. Bornert

A technique, which allows characterizing the local strain field over a domain representative of the microstructure of a heterogeneous material, is described. It is based on scanning electron microscopy, microelectrolithography, image analysis and in situ mechanical tests. On one hand, in relation with a microstructure analysis, it allows characterizing the different mechanisms responsible for the plasticity or the damage of materials. On the other hand, a quantitative analysis allows comparing and validating from a local to a global scale, the different models used for the prediction of materials constitutive laws. Finally, the knowledge of the experimental displacement improves seriously the results of finite element computations, by a better determination of the boundary conditions.

**ESPAÑOL**

**Desarrollos recientes de la imagen en microscopía electrónica por transmisión** ..... 449  
T. Épicier

Se presenta una revisión de los recientes desarrollos de la microscopía electrónica por transmisión en materia de imagen. Una primera parte está consagrada en modo « imagen » : interés de la emisión de campo, « contraste en Z », microscopía de alta resolución cuantitativa y técnicas de reconstrucción. La segunda parte está dedicada al modo « difracción » : técnica de haces convergentes y « cristalografía electrónica ».

**Caracterización cuantitativa en MET de los precipitados endurecedores en las aleaciones de aluminio de la serie 6XXX** ..... 463

M. Tanaka, T. Warner

La precipitación endurecedora en una aleación AA6056 en el estado desensibilizado a la corrosión intergranular (T78) está caracterizado en comparación con el de las aleaciones AA6013 y AA6082. Para obtener informaciones cuantitativas, el análisis de imagen es aplicado a las imágenes en campo sombra y a los diagramas de difracción en área seleccionada (SADPs), así como la espectroscopía EDS sin probeta testigo. Se muestra especialmente que los precipitados tanto en forma de aguja como en forma de lata tienen una composición similar (salvo el aluminio, cuyo contenido permanece indeterminado en este estudio) entre ellos y, además, está próximo a la mayor parte de los precipitados con juntas de grano, normalmente más avanzados en la cinética de precipitación.

**Propiedades mecánicas de las aleaciones bifásicas : aporte de los ensayos MET in situ** ..... 471

F. Louchet

El interés de las experiencias de deformación in situ en MET es de poner en evidencia los mecanismos de dislocaciones controlando las propiedades mecánicas macroscópicas del material. La aplicación de esta técnica a los materiales bifásicos está ilustrada por diversos ejemplos donde la deformación está controlada bien por la propagación de las dislocaciones (rebases de precipitados por ejemplo), bien por su germinación (fuentes en las interfases).

**Análisis de dispositivos en micro-electrónica por microscopía electrónica en transmisión de alta resolución** ..... 477

E. Gautier, V. Dashtizadeh, T. Épicier, C. Esnouf, G. Brémond, C. Plossu

En los últimos cinco años, los dispositivos de micro-electrónica han aumentado de manera importante con la introducción de nuevas técnicas, pero también gracias a una disminución lateral de la talla de los componentes. En este contexto de miniaturización incesante, el microscopio electrónico de transmisión (MET) y la técnica de imagenografía de alta resolución son cada vez más utilizadas por la industria de la microelectrónica para el desarrollo de nuevos procedimientos, para el control del análisis dimensional así como para el estudio de los defectos a escala del nanómetro. Paralelamente a estos sobre los componentes, las técnicas de preparación de probetas para el MET compatibles con las exigencias del mundo industrial han sido desarrolladas y abren nuevas perspectivas. En este artículo, se presentan las técnicas de preparación de láminas delgadas. Después se muestra por medio de ejemplos que la imagen de alta resolución permite responder a los problemas industriales. La complementariedad entre varias técnicas disponibles sobre un MET moderno será ilustrada.

**Análisis químico por espectroscopia X y de electrones** .... 495

C. Esnouf

Este artículo está consagrado a la presentación y a la ilustración de los métodos de análisis basados en la utilización de una sonda electrónica. Las cuatro técnicas de base presentadas son sucesivamente : la espectroscopia de dispersión de la energía de rayos X (EUS), la espectroscopia de dispersión de longitudes de onda (WDS), la espectroscopia de pérdidas de energía de los electrones transmitidos y finalmente la espectroscopia Auger (AES). Las limitaciones y las ventajas de cada una de ellas serán expuestas.

**Estudio por cartografías espectrales EDS de la oxidación de un sistema de barrera termica** ..... 507

R. Molins, C. Guerre, L. Rémy

El sistema de barrera térmica estudiado se compone de un revestimiento cerámico en zirconio y de una subcapa de agarre en aluminio de níquel

modificada con platino, depositada sobre una superaleación a base de níquel. Los mecanismos de endurecimiento de un sistema de barrera térmica están estrechamente ligados a la estabilidad estructural y química de las diferentes capas así como al comportamiento de las interfases entre la cerámica y el sustrato. El sistema en el estado bruto del depósito y después de los tratamientos de oxidación a 1 100°C ha sido caracterizado en MET gracias a la adquisición y la explotación de cartografías espectrales. Importantes modificaciones se producen (precipitación, transformaciones de fases) seguido a los procesos de oxidación y a numerosos fenómenos de interdifusión.

**Nuevos comportamientos de la microscopía electrónica al servicio de la metalurgia moderna : caso de los aceros multifases** ..... 513

W. Saikaly, X. Bano, C. Isartel, G. Rigaut, A. Charai

Las técnicas de microscopía electrónica y de microanálisis del Centro CP2M han sido utilizadas para el estudio de los fenómenos complejos de precipitación en un acero dual-fase al titanio. Los nitruros, carburos y carbonitruros de titanio han sido caracterizados a escala microscópica y nanoscópica por medio de observaciones sobre réplicas al carbono con extracción y sobre láminas delgadas. Estos compuestos precipitan de manera heterogénea sobre las partículas preexistentes (CaS, TiN). Las láminas delgadas han sido igualmente observadas en un microscopio de barrido equipado de un canon de emisión de campo y de un detector de electrones transmitidos.

**Espectroscopia de pérdidas proximas : algunos ejemplos de aplicación en ciencia de los materiales** ..... 523

M.-C. Cheynet

La espectroscopia de pérdidas próximas (SPP) explota la señal resultante de la interacción de los electrones de un haz incidente con los electrones de valencia o de conducción del material. El análisis de esta señal en términos de energía de « plasmon », de función de pérdida de energía o de función dieléctrica informa sobre la estructura electrónica y la unión química de la muestra. Cuando se acopla esta técnica a la microscopía electrónica de transmisión de alta resolución espacial y alta resolución de energía (STEM-VG HB50 1) se obtiene un útil muy oportuno que permite alcanzar informaciones determinantes, en la escala nanométrica. Se ilustran los comportamientos de esta técnica en este artículo a partir de tres ejemplos sacados de la ciencia de los materiales.

**Caracterización por AFM, MET y nanoindentación de la deformación plástica de películas y multicapas metálicas** ..... 535

M. Verdier

En esta comunicación se presentan las observaciones experimentales concernientes a la deformación plástica de multicapas metálicas de escalas submicrométricas. A medida que la escala de longitud de la estructura disminuye hacia la escala nanométrica, se observa una modificación de los mecanismos de deformación. La plasticidad es entonces más homogénea, por contraste con la localización de las dislocaciones en las bandas de cizallamiento tradicionalmente observado para escalas más grandes. Las técnicas de campo próximo (AFM, nanoindentación) son utilizadas además en medios clásicos de caracterización de la deformación plástica.

**Físico-química de las superficies « poligómeras » por medida de fuerzas AFM** ..... 541

C. Devaux, J.-P. Chapel

La microscopía AFM se utiliza aquí como aparato de medida de fuerzas de superficie en la escala nanoscópica. Se muestra sobre ejemplos simples que las curvas de fuerza (nN) en función de la distancia (nm) obtenidas son una señal de la físico-química de las superficies en interacción. A partir de este tipo de curvas, los aspectos químicos, fricción (movilidad) y « mecánicas » del extremo superficial pueden ser estudiadas.

**MEBS y MAPS : recientes desarrollos en cartografía de microestructuras ..... 551**  
J. Driver

Se pasa revista a los desarrollos recientes en microscopía electrónica de barrido (MEE) subrayando la tendencia actual de investigar los datos cuantitativos bajo forma de cartografías : de composición química (por EDS y WOS), de orientación cristalina (por EESD) y de las deformaciones (por microextensometría). Las cartografías permiten análisis en términos de distribuciones de talla, de orientación y de composición y de descripciones cuantitativas completas de las microestructuras. En este contexto los nuevos MEE-FEG (fuente de electrones de emisión de campo) jugarán un papel importante en el porvenir.

**Contribución de la microscopía electrónica de barrido al estudio de los materiales metálicos ..... 561**  
F. Oudet

Desde su introducción en el comienzo de los años 1980, la microscopía electrónica de barrido (ESEM) constituye un útil particularmente interesante para el estudio de probetas dedicadas en ciencias de la vida. Desde la potencialidad de este aparato (nada o poca preparación de la probeta, posibilidad de estudios dinámicos o de reactividad ....) interesando a un número creciente de microscopistas en los dominios tradicionales de los materiales. Se presentan algunas aplicaciones típicas del ESEM relativos a los materiales metálicos.

**La microextensometría : un util de mecanica de los materiales ..... 567**  
T. Bretheau, J. Crépin, P. Doumalin, M. Bomert

Se presenta aquí una técnica experimental, tanto cualitativa como cuantitativa, que permite caracterizar el campo de deformación en un material heterogéneo, sobre un dominio representativo de su microestructura. Esta técnica utiliza la microestructura electrónica de barrido, la microelectrografía, el análisis de imagen y los medios de ensayos mecánicos in situ. Si ella permite, en relación con un análisis microestructural, poner en evidencia los diferentes mecanismos responsables de la plasticidad y/o del endurecimiento de los materiales, su utilización cuantitativa es de hecho un útil esencial de validación de los modelos de predicción de comportamiento, tanto a la escala local o a la escala macroscópica. Finalmente el conocimiento del campo de desplazamiento experimentalmente medido permite mejorar sensiblemente el resultado de las simulaciones numéricas por elementos finitos para una mejor forma de tomar en cuenta las condiciones de los límites impuestos en el borde de la célula modelizada.

## DEUTSCH

**Neuere Entwicklungen der bildlichen Darstellung bei der Transmissionselektronenmikroskopie ..... 449**  
T. Épicier

Es wird ein Überblick über neuere Entwicklungen in der Transmissionselektronenmikroskopie hinsichtlich der bildlichen Darstellung vorgestellt. Der erste Teil ist den Anwendungen mit den « Bildverfahren » gewidmet : Bedeutung der Feldelektronenmikroskopie, « Kontrast in Z », quantitative Mikroskopie hoher Auflösung und Techniken der Bildrekonstruktion. Der zweite Teil ist dem « Beugungsmodus » gewidmet : Verfahren mit konvergierendem Bündel und der « Elektronenkristallografie ».

**Quantitative Beschreibung der Ausscheidungshärtung in Aluminium-Legierungen der Serie 6XXX mit der Transmissionselektronenmikroskopie ..... 463**  
M Tanaka, T. Warner

Die Ausscheidungshärtung einer AA 6056-Legierung wird im desensibilisierten Zustand gegen interkristalline Korrosion (T78)

beschrieben und mit den Legierungen AA6013 und AA6082 verglichen. Um quantitative Informationen zu erhalten, wird die Bildanalyse auf Dunkelfeldbilder und auf Beugungsdiagramme ausgewählter Messpunkte (SADPs) angewendet, sowie die EDX-Spektroskopie ohne Standardprobe. Es wird insbesondere gezeigt, dass die Ausscheidungen, sowohl in Nadelform als auch in Lattenform, eine ähnliche Zusammensetzung haben (ausgenommen Aluminium, dessen Gehalt in dieser Untersuchung unbestimmt bleibt), und dass sie ausserdem der Mehrzahl der Ausscheidungen an den Korngrenzen ähnlich sind, obwohl jene in der Regel in der Ausscheidungskinetik weiter fortgeschritten sind.

**Mechanische Eigenschaften zweiphasiger Legierungen : Beitrag der Transmissions-Elektronenmikroskopie in situ ..... 471**  
F. Louchet

Die Bedeutung von Verformungsversuchen mit der in situ Transmissions-Elektronenmikroskopie liegt darin nachzuweisen, wie die Versetzungsmechanismen die makroskopischen mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs kontrollieren. Die Anwendung dieser Technik auf zweiphasige Werkstoffe wird an verschiedenen Beispielen erläutert, wo die Verformung, sei es durch die Ausbreitung der Versetzungen (Überschreitung der Ausscheidungen z.B.), sei es durch ihre Entstehung (Ursprung an den Zwischenflächen) kontrolliert wird.

**Untersuchung mikroelektronischer Bauteile mit der Transmissions-Elektronenmikroskopie hoher Auflösung ..... 477**  
E. Gautier, V. Dashtizadeh, T. Épicier, C. Esnouf, G. Brémond, C. Plossu

Während der letzten fünf Jahre haben sich die Leistungen mikroelektronischer Bauteile durch die Einführung neuer Technologien bedeutend erhöht, aber auch durch eine seitliche Verringerung der Grösse der Bestandteile. Im Zusammenhang mit der unaufhörlichen Miniaturisierung wird das Transmissions-Elektronenmikroskop (MET) und die Technik der bildlichen Darstellung hoher Auflösung zunehmend von der Mikroelektronikindustrie bei der Entwicklung neuer Verfahren, für die Kontrolle und Dimensionsprüfung sowie die Prüfung auf Fehler im Nanometerbereich, eingesetzt. Parallel zu diesen Fortschritten bei den Bestandteilen wurden die Probenherstellungstechniken für das MET, in Übereinstimmung mit den Anforderungen der Industrie, weiterentwickelt und eröffnen neue Perspektiven. In diesem Bericht werden Techniken zur Herstellung von Dünnschliffen dargestellt. Anschliessend wird an Beispielen gezeigt, wie das hochauflösende Bild zur Lösung industrieller Probleme beitragen kann. Es wird anschaulich gemacht, wie sich mehrere, auf einem modernen Transmissions-Elektronenmikroskop (MET) verfügbare Verfahren, ergänzen.

**Chemische Analyse mittels der Röntgen- und Elektronenspektroskopie ..... 495**  
C. Esnouf

Dieser Bericht ist der Darstellung und Veranschaulichung von Analysemethoden gewidmet, die auf der Anwendung einer Elektronensonde basieren. Die vier Grundtechniken stellen sich wie folgt dar : die Spektroskopie der Streuung der Energie von Röntgenstrahlen (EDS), die Spektroskopie der Streuung von Wellenlängen (WDS), die Spektroskopie der Energieverluste durchgelassener Elektronen (EELS) und schliesslich die Auger-Elektronenspektroskopie. Die Grenzen und Vorteile jeder einzelnen Methode werden dargelegt.

**Untersuchung der Oxidation eines Hitzbarriere-Systems durch spektrale EDX Kartographie ..... 507**  
R. Molins, C. Guerre, L. Rémy

Das untersuchte Hitzbarriere-System besteht aus einer keramischen Beschichtung aus yttriumhaltigen Zirkon und zur Verankerung mit der

Unterlage aus aluminierem Nickel, modifiziert mit Platin, abgeschieden auf einer Nickelbasis-Superlegierung. Die Schädigungsmechanismen eines Hitzeschutzsystems hängen eng mit der Gefüge- und chemischen Stabilität der verschiedenen Schichten sowie der Haltbarkeit der Grenzflächen zwischen Keramik und Trägerwerkstoff ab. Das System wurde im Abscheidungsprozess und nach Oxidationsbehandlungen bei 1100°C, durch die Erstellung und Auswertung spektraler Kartographien mit dem Transmissions-elektronenmikroskop, beschrieben. Wesentliche Veränderungen (Ausscheidung, Phasenumwandlung) treten als Folge des Oxidationsprozesses und der zahlreichen Interdiffusionserscheinungen auf.

**Neue Möglichkeiten der Elektronenmikroskopie im Dienst der modernen Metallurgie : Fall der mehrphasigen Stähle ..... 513**  
**W. Saikaly, X. Bano, C. Issartel, G. Rigaut, A. Charal**

Die Techniken der Elektronenmikroskopie und der Mikroanalyse des Centre CP2M wurden zur Untersuchung komplexer Erscheinungen der Ausscheidung in einem Zweiphasen-Stahl mit Titan angewandt. Die Nitride, Karbide und Karbonitride des Titans wurden im mikroskopischen und nanometrischen Maßstab durch Untersuchungen von Kohle-Extraktionsabdrücken und von Dünnschliffen beschrieben. Diese Verbindungen scheiden sich auf heterogene Weise auf bereits existierenden Teilchen (CaS, TiN) aus. Ebenso wurden Dünnschliffe mit einem Raster-Elektronenmikroskop, ausgerüstet mit einer Feldemissionskanone und einem Detektor für durchgelassene Elektronen, ausgewertet.

**Spektroskopie der Nahverluste : Einige Anwendungsbeispiele in der Werkstoffwissenschaft ..... 523**  
**M.-C. Cheynet**

Die Spektroskopie der Nahverluste (SPP) wertet das Signal aus, das aus der Wechselwirkung eines einfallenden Bündels mit den Valenz- oder Leitungselektronen des Werkstoffs entsteht. Die Analyse dieses Signals, in Bezug auf die Plasmonenergie, die Funktion Energieverlust oder die dielektrische Funktion, gibt über die Elektronenstruktur und die chemische Bindung der Probe Auskunft. Wenn diese Technik mit der Transmissionselektronenmikroskopie hoher räumlicher und hoher energetischer Auflösung (STEM-VG HB50 1) gekoppelt wird, erhält man ein sehr geeignetes Instrument, mit dem entscheidende Informationen aus dem nanometrischen Bereich erhalten werden können. Die Möglichkeiten dieser Technik werden, ausgehend von drei Beispielen aus der Werkstoffwissenschaft, in diesem Bericht erläutert.

**Beschreibung der plastischen Verformung metallischer Filme und Mehrlagenschichten mittels der AFM, MET und Nano-Indentation ..... 535**  
**M. Verdier**

In dieser Mitteilung werden Versuchsbeobachtungen vorgestellt, die die plastische Verformung metallischer Mehrlagenschichten im submikroskopischen Bereich betreffen. Je mehr dass der Längenmaßstab der Struktur gegen den nanometrischen Bereich geht, beobachtet man eine Veränderung der Verformungsmechanismen. Die Plastizität ist dann homogener, im Gegensatz zur Lokalisierung der Versetzungen in den Scherbändern, die üblicherweise bei grösseren Maßstäben beobachtet wird. Die Techniken des Nahfeldes (AFM, Nano-Indentation) werden neben den klassischen Mitteln zur Beschreibung der plastischen Verformung angewendet.

**Die physikalische Chemie « polyomerer » Oberflächen durch AFM-Kräftemessungen ..... 541**  
**C. Devaux, J.-P. Chapel**

Das AFM-Mikroskop wird hier als Instrument zur Messung der Oberflächenkräfte im nanoskopischen Bereich angewendet. An einfachen Beispielen wird gezeigt, dass die erhaltenen Kraftkurven (nN) in Abhängigkeit vom Abstand (nm) eine Signatur der

physikalischen Chemie von den gegenüberstehenden Oberflächen sind. Ausgehend von dieser Art Kurven lassen sich die chemischen Aspekte, Reibungsaspekte (Mobilität) und « mechanischen » Aspekte der äussersten Oberfläche untersuchen.

**MEBS und MAPS : Neuere Entwicklungen bei der Kartographie von Mikrostrukturen ..... 551**  
**J. Driver**

Es wird ein Überblick über neuere Entwicklungen in der Raster-Elektronenmikroskopie (REM) gegeben, wobei die aktuelle Tendenz der Erforschung quantitativer Daten in Form von Kartographien unterstrichen wird : der chemischen Zusammensetzung (mittels EDS und WDS), der kristallinen Orientierung (durch EBSD) und der Verformungen (durch Mikrodehnungsmessung). Die Kartographien erlauben Untersuchungen hinsichtlich der Korngrößenverteilung, der Orientierung und der Zusammensetzung und damit vollständige quantitative Beschreibungen von Mikrostrukturen. In diesem Zusammenhang spielen die neuen MEB-FEG (Feldelektronenmikroskope) eine bedeutende Rolle in der Zukunft.

**Beiträge der Umwelt-Raster-Elektronenmikroskopie bei der Untersuchung metallischer Werkstoffe ..... 561**  
**F. Oudet**

Seit Beginn ihrer Einführung Anfang 1980 stellt die Umwelt-Raster-Elektronenmikroskopie (ESEM, Environmental Scanning Electron Microscopy) ein besonders geeignetes Werkzeug für die Untersuchung delikater Proben aus der lebenden Materie (Wissenschaften des Lebens) dar. Die Möglichkeiten dieses Gerätes (keine oder nur wenig Vorbereitung von Proben, die Möglichkeit von dynamischen Untersuchungen oder der Reaktionsfähigkeit...) interessieren seitdem eine zunehmende Anzahl von Mikroskopikern aus den traditionellen Bereichen der Werkstoffe. Einige typische Anwendungen des ESEM, welche die metallischen Werkstoffe betreffen, werden dargelegt.

**Die Mikrodehnungsmessung : Ein Werkzeug der Werkstoffmechanik ..... 567**  
**T. Bretheau, J. Crépin, P. Doumalin, N. Bomert**

Es wird eine Versuchstechnik vorgeschlagen, mit der sich das Verformungsfeld in einem heterogenen Werkstoff über einen repräsentativen Bereich seiner Mikrostruktur, sowohl qualitativ als auch quantitativ, beschreiben lässt. Bei dieser Technik werden die Raster-Elektronenmikroskopie, die Mikro-Elektrolithographie, die Bildanalyse und die Möglichkeiten der mechanischen Prüfung in situ, angewendet. Wenn es diese Technik in Verbindung mit einer Gefügeuntersuchung ermöglicht die verschiedenen Mechanismen, die für die Plastizität und/oder die Werkstoffschädigung verantwortlich sind, nachzuweisen, wird aus ihrer quantitativen Anwendung ein grundlegendes Werkzeug für die Bestätigung von Vorhersagemodellen, sowohl im lokalen als auch makroskopischen Maßstab. Schliesslich ermöglicht die Kenntnis des experimentell gemessenen Verschiebungsfeldes das Ergebnis numerischer Simulationen mittels finiter Elemente, durch eine bessere Berücksichtigung der Grenzbedingungen am Rand der modellierten Zelle, deutlich zu verbessern.