

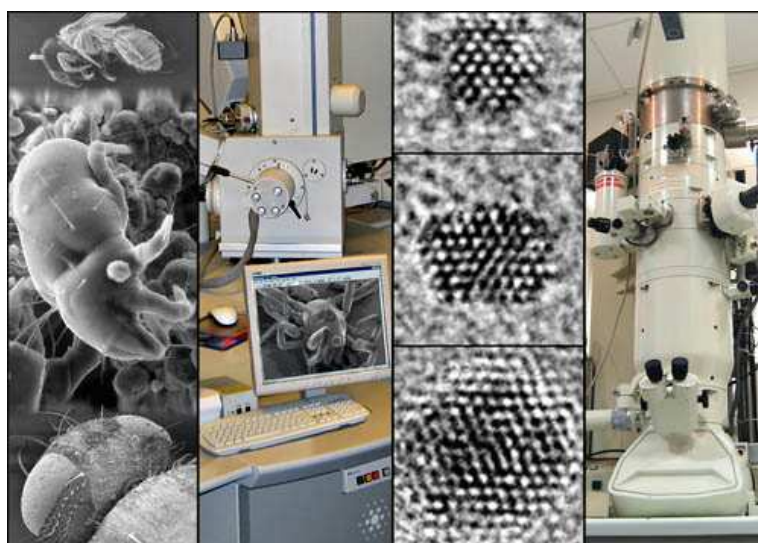
AERES
Campagne d'évaluation 2011-2014
 Structure Fédérative

CLYM

Centre **LY**onnais de **M**icroscopie

FED 4092

Animateur : Thierry EPICIER



Institut des Sciences Appliquées de Lyon
Ecole Centrale de Lyon
Université Claude Bernard Lyon 1
Ecole Normale Supérieure de Lyon
 Ecole Nationale des Mines de St-Etienne



Campagne d'évaluation 2011-2014
Structure fédérative

Le dossier comprendra de 10 à 50 pages en fonction de la taille de la structure fédérative et ne dépassera pas 4Mo.

1. Informations administratives
(dans la configuration prévue au 1^{er} janvier 2011)

Intitulé complet de la structure fédérative
Centre Lyonnais de Microscopie

Responsable

M. /Mme	Nom	Prénom	Corps-Grade	Etablissement d'enseignement supérieur d'affectation ou organisme d'appartenance
M.	EPICIER	Thierry	DR	CNRS, en poste à l'INSA de Lyon

Label(s) demandé : sigle - organisme (exemple : FR - CNRS)
FED "Ministère"

Type de demande

- nouvelle structure (création « ex-nihilo »)
 - renouvellement (avec ou sans changement de label)
- En cas de renouvellement, préciser les label, n° et intitulé de la structure en 2007 :*
Centre Lyonnais de Microscopie, FED 4092

Établissement(s) de rattachement de la structure (tutelles)

Établissement(s) d'enseignement supérieur et de recherche	organisme(s) de recherche
Établissement de rattachement : P : INSA de Lyon, Ecole Centrale de Lyon (ECL), Université Lyon I (UCBL), Ecole Normale Supérieure de Lyon (ENS)	organisme :
...	département ou comm. de rattachement :
	...

Préciser l'établissement ou organisme responsable du dépôt du dossier : INSA de Lyon
(sauf exception, le dossier est déposé par l'établissement hôte de la structure fédérative)

Préciser le cas échéant le délégué unique de gestion :

Autres partenaires de la structure :

Établissement(s) d'enseignement supérieur et de recherche : **Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne**

Organisme(s) de recherche :

Entreprise(s) :

Autres :

Classement thématique

Domaine(s) scientifique(s)

Indiquer, en début de ligne, "P" pour le domaine scientifique principal, "S" pour le ou les domaines scientifiques secondaires éventuels

- 1 Mathématiques et leurs interactions
- S 2 Physique
- S 3 Sciences de la terre et de l'univers, espace
- S 4 Chimie
- 5 Biologie, médecine, santé
- 6 Sciences humaines et humanités
- 7 Sciences de la société
- P 8 Sciences pour l'ingénieur
- 9 Sciences et technologies de l'information et de la communication
- 10 Sciences agronomiques et écologiques

Secteur(s) disciplinaire(s) (cf nomenclature)

Reporter les codes des secteurs par ordre d'importance : 811, 404, 824, 211, 403, 301, 931, 822

Mots-clés

Prédéfinis (cf nomenclature mots-clés) : chimie des matériaux, polymères, verres, céramiques, composites, métallurgie chimique, métaux, biomatériaux, matériaux à porosité contrôlée, développement durable, durabilité des matériaux et des structures, nano-sciences, nanomatériaux, matériaux nanostructurés, nano-objets, matière condensée, matériaux, nanophysique, composants électroniques et optoélectroniques, biophysique, biomatériaux, biotechnologie, ingénierie de la santé, physique, chimie de l'atmosphère, climatologie, paléoclimatologie, pétrologie, minéralogie, mécanique des solides et des matériaux, tribologie, mécanique des surfaces, thermique, énergétique

Libres : 1) Caractérisation Microstructurale, 2) Microscopies Electroniques, 3) AFM / STM, 4) tomographies (4 maximum)

Domaine applicatif, le cas échéant

Indiquer, en début de ligne, "P" pour le domaine principal, "S" pour le ou les domaines secondaires éventuels

- Santé humaine et animale
- Alimentation, agriculture, pêche, agroalimentaire et biotechnologies
- P Nanosciences, nanotechnologies, matériaux et procédés
- Technologies de l'information et de communication
- Production de biens et de services & nouvelles technologies de production
- Énergie nucléaire
- Nouvelles technologies pour l'énergie
- Environnement (dont changement climatique)
- Espace
- Aménagement, ville et urbanisme
- Transport (dont aéronautique) et logistique
- Cultures et société
- Économie, organisation du travail
- Sécurité
- Autre

Nomenclature ERC (European Research Council)

Indiquer, en début de ligne, "P" pour le secteur principal, "S" pour le ou les secteurs scientifiques secondaires éventuels

Physical Sciences & Engineering



- PE1** Mathematical foundations : all areas of mathematics, pure and applied, plus mathematical foundations of computer science, mathematical physics and statistics
- PE2** Fundamental constituents of matter : particle, nuclear, plasma, atomic, molecular, gas, and optical physics
- P PE3** Condensed matter physics : structure, electronic properties, fluids, nanosciences
- S PE4** Physical and analytical chemical sciences : analytical chemistry, chemical theory, physical chemistry/chemical physics
- S PE5** Materials and synthesis : materials synthesis, structure-properties relations, functional and advanced materials, molecular architecture, organic chemistry
- PE6** Computer science and informatics : informatics and information systems, computer science, scientific computing, intelligent systems
- PE7** Systems and communication engineering : electronic, communication, optical and systems engineering
- S PE8** Products and processes engineering : product design, process design and control, construction methods, civil engineering, energysystems, material engineering
- S PE9** Universe sciences : astro-physics/chemistry/biology; solar system; stellar, galactic and extragalactic astronomy, planetary systems, cosmology, space science, instrumentation
- PE10** Earth system science : physical geography, geology, geophysics, meteorology, oceanography, climatology, ecology, global environmental change, biogeochemical cycles, natural resources management

Social Sciences & Humanities

- SH1** Individuals, institutions and markets : economics, finance and management
- SH2** Institutions, values and beliefs and behaviour : sociology, social anthropology, political science, law, communication, social studies of science and technology
- SH3** Environment and society : environmental studies, demography, social geography, urban and regional studies
- SH4** The Human Mind and its complexity : cognition, psychology, linguistics, philosophy and education
- SH5** Cultures and cultural production : literature, visual and performing arts, music, cultural and comparative studies
- SH6** The study of the human past : archaeology, history and memory

Life Sciences

- LS1** Molecular and Structural Biology and Biochemistry : molecular biology, biochemistry, biophysics, structural biology, biochemistry of signal transduction
- LS2** Genetics, Genomics, Bioinformatics and Systems Biology : genetics, population genetics, molecular genetics, genomics, transcriptomics, proteomics, metabolomics, bioinformatics, computational biology, biostatistics, biological modelling and simulation, systems biology, genetic epidemiology
- LS3** Cellular and Developmental Biology : cell biology, cell physiology, signal transduction, organogenesis, evolution and development, developmental genetics, pattern formation in plants and animals
- LS4** Physiology, Pathophysiology and Endocrinology : organ physiology, pathophysiology, endocrinology, metabolism, ageing, regeneration, tumorigenesis, cardiovascular disease, metabolic syndrome
- LS5** Neurosciences and neural disorders : neurobiology, neuroanatomy, neurophysiology, neurochemistry, neuropharmacology, neuroimaging, systems neuroscience, neurological disorders, psychiatry
- LS6** Immunity and infection : immunobiology, aetiology of immune disorders, microbiology, virology, parasitology, global and other infectious diseases, population dynamics of infectious diseases, veterinary medicine
- LS7** Diagnostic tools, therapies and public health : aetiology, diagnosis and treatment of disease, public health, epidemiology, pharmacology, clinical medicine, regenerative medicine, medical ethics
- LS8** Evolutionary, population and environmental biology : evolution, ecology, animal behaviour, population biology,



biodiversity, biogeography, marine biology, ecotoxicology, prokaryotic biology
LS9 Applied life sciences and biotechnology: agricultural, animal, fishery, forestry and food sciences; biotechnology, chemical biology, genetic engineering, synthetic biology, industrial biosciences; environmental biotechnology and remediation

Coordonnées de la structure fédérative

Localisation et établissement : **CLYM-MATEIS**
 Numéro, voie : **7 av. Jean Capelle, Bât. Blaise Pascal, INSA de Lyon**
 Boîte postale :
 Code postal et ville : **69621 Villeurbanne Cedex**
 Téléphone : **04 72 43 83 85**
 Adresse électronique : **thierry.epicier@insa-lyon.fr**

Unités membres de la structure fédérative au 1^{er} janvier 2011

Label et n°	Intitulé de l'unité	Responsable	Etablissement de rattachement support	Domaine scientifique principal (cf nomenclature)
Umr 5510	MATEIS : Matériaux, Ingénierie et Science	J. COURBON	INSA/CNRS	8
Umr 5523	IMP : Ingénierie des Matériaux Polymères	JF. GERARD	INSA/UCB/UJM/CNRS	8
Umr 5514	LaMCoS : Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides	A. COMBESURE	INSA/CNRS	8
Umr 5270	INL : Institut des Nanotechnologies	G. HOLLINGER	ECL/INSA/UCB/CNRS	9
Umr 5008	CETHIL : Centre de Thermique de Lyon	D. ESCUDIE	INSA/CNRS	8
Umr 5513	LTDS : Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes	D. MAZUYER	ECL/ENISE/CNRS	8
Umr 5256	IRCELYON : Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon	M. LACROIX	UCL/CNRS	4
Umr 5615	LMI : Laboratoire des Multi-matériaux et Interfaces	P. MIELE	UCB/CNRS	4
Umr5586	LPMCN : Laboratoire de Physique de la Matière Condensée et Nanostructures	JL BARRAT	UCB/CNRS	2
	CTμ : Centre Technologique des Microstructures	K. JULLIARD	UCB	
Umr 5570	LST : Laboratoire des Sciences de la Terre	G. DROMART	ENS/CNRS	3
Umr 5146	SMS/PECM : centre Sciences des Matériaux et des Structures	R. FORTUNIER	ENMSE/CNRS	
Umr 5620	LPCML : Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Luminescents	MF. JOUBERT	UCB/CNRS	2

Surfaces recherche (en m² SHON*) prévues pour la structure fédérative au 1^{er} janvier 2011

(Hors surfaces occupées par les unités de recherche membres de la structure)

Etablissement(s) d'enseignement supérieur et/ou organisme(s) prenant en charge des coûts d'infrastructures "recherche" de la structure	Ventilation des surfaces en m ²
Établissement de rattachement support : (INSA)	Environ 200 m ²



Établissement de rattachement :	
Établissement de rattachement :	
Organisme de recherche :	
Organisme de recherche :	
Autres (AP-HP, CHU, CHR, autre à préciser) :	
TOTAL des surfaces	200 m²

* Surface hors œuvre nette. Surface SHON = surface utile x 1,4.

Surface utile : surface d'une pièce mesurée à l'intérieur des murs porteurs et des cloisons.

Surface hors œuvre nette : surface administrative utilisée lors du dépôt du permis de construire qui correspond à la somme des surfaces délimitées par les périmètres extérieurs de la surface horizontale de chaque étage clos ou sous-sol aménagé déduction faite des surfaces non exploitables (balcons, terrasses, volumes non clos).

Pour les plates-formes technologiques seulement

Gros équipements (hors équipements spécifiques des unités)

Nature	Année d'achat	Coût d'achat	Coût annuel de fonctionnement

Appartenance à un réseau national ou international (préciser lequel)

2. Dossier scientifique

Le dossier scientifique pourra être rédigé en anglais ; dans ce cas, le résumé sera rédigé en français¹.

Rapport scientifique

La réalisation des objectifs du projet scientifique précédent et ses effets structurants seront explicités.

¹ En cas d'hésitation, le choix de la langue se fera selon l'usage établi dans la communauté ou l'organisme d'appartenance.

Le rapport mentionnera les résultats marquants des quatre dernières années et les productions significatives résultant directement de l'action de la structure fédérative.

Il précisera également le bilan de la répartition des crédits utilisés en 2007 et 2008 et les gros équipements utilisés, en mentionnant ceux acquis au cours des quatre dernières années et leurs financements ou cofinancements.

Projet scientifique pour la période 2011-2014

Le projet scientifique et ses effets structurants seront explicités.

Seront également précisés :

- l'organigramme de la structure fédérative ;
- le fonctionnement et la composition de l'instance de pilotage ;
- les principaux éléments de la convention de fonctionnement entre les unités de recherche fédérées ;
- les participants à la structure et le cas échéant, les personnels administratifs et de recherche employés par la structure (hors ceux des unités membres) ;
- les achats de gros équipements et les financements et cofinancements envisagés.

Date et signature du responsable de la structure

07/10/2009



(T. Epicier)

Projet transmis avec l'accord du responsable de ou des établissement(s) d'enseignement supérieur de rattachement de la structure fédérative

Pour les organismes, une liste globale des entités transmise à l'AERES vaudra accord.

Nom et prénom du responsable de l'établissement de rattachement déposant : Alain Storck

Qualité : Directeur de l'INSA de Lyon

Date :

Signature :

Nom et prénom du responsable de l'établissement de rattachement, le cas échéant : Patrick Bourgin

Qualité : Directeur de l'Ecole Centrale de Lyon

Date :

Signature :

Nom et prénom du responsable de l'établissement de rattachement, le cas échéant : Lionel Collet

Qualité : Président de l'Université Lyon 1

Date :

Signature :

Nom et prénom du responsable de l'établissement de rattachement, le cas échéant : Jacques Samarut

Qualité : Directeur de l'Ecole Normale Supérieure de Lyon

Date :

Signature :

**FED C L Y M****C**entre **LY**onnais de **M**icroscopie**FED 4092**

Dossier Scientifique

1. Rapport scientifique 2007-2009 p.9

2. Projet scientifique et perspectives 2010-2014 p.43

Note préliminaire :

outre sa vocation première dans le cadre de la Campagne d'Evaluation AERES 2011-2014, ce document a été rédigé de manière détaillée, afin de constituer une photographie précise du périmètre et des prérogatives du CLYM à la rentrée 2009.

ERRATUM (au 01/01/2010)

Un certain nombre de coquilles existe dans la version transmise aux établissements début octobre, celles-ci ont, dans une large mesure, été corrigées. D'autres imprécisions, manques ou erreurs ont été rectifiés, en particulier :

p. 9 : modification de la note de bas de page ²

p. 31 : des références bibliographiques omises ont été rétablies (§.I.B.3.a)

p. 52 : ajout d'une note de bas de page ⁵² pour compléments d'information (§. II.B.2.d)

p. 56 : le budget prévisionnel de l'année 2010 a été changé (Tableau 7).

1. Rapport scientifique 2007-2009

1.A. Présentation de la Fédération CLYM

1.A.1. Historique – Motivations de la création de la Fédération

Le projet CLYM (Centre Lyonnais de Microscopie) répond à un objectif de mutualisation et de centralisation de compétences et de matériels de pointe dans le domaine des caractérisations micro- et nano-structurales. Il vise au regroupement de plusieurs équipements dédiés de microscopie électronique (balayage et transmission), de tomographie X, de microscopie à force atomique, de nano-usinage ionique (couplé à l'imagerie électronique) sur le site du campus *Lyon Tech*².

1.A.1.a. Du CLYME au CLYM

Le CLYM s'inscrit dans le contexte de la pérennisation et de l'élargissement du potentiel de moyens et de recherche d'une structure créée en janvier 1998, le Groupement d'Intérêt Scientifique CLYME (Consortium Lyonnais de Microscopie Electronique). Le CLYME a montré jusqu'en 2007 son intérêt structurant : il a réuni pendant près de 10 ans des partenaires des 5 principaux établissements universitaires lyonnais : INSA, UCB, ECL, ENS, CNRS (ex-IRC, devenu IRCELYON) auxquels s'ajoutent des partenaires stéphanois et industriels.

Le but initial du CLYME était :

- de permettre un regroupement de plusieurs laboratoires, animés par un intérêt scientifique commun à développer des caractérisations fines et adaptées à leurs problématiques de recherches en Sciences des matériaux
- de s'équiper d'unités de microscopie qualifiées de moyens mi-lourds
- d'assurer une gestion technique, administrative et scientifique commune de ce parc d'instruments

Ainsi, de 1997 à 2002, le CLYME s'est successivement doté de 3 microscopes à performances complémentaires, répondant aux besoins scientifiques de ses membres (cf. **Tableau 1**) :

- un microscope électronique en transmission à émission de champ à vocation Analytique (JEOL 2010F, équipé d'accessoires d'analyse EDX et EELS et d'un dispositif STEM-HAADF)
- un microscope électronique en transmission filtré en énergie équipé d'un filtre 'omega' dans la colonne (LEO 912, équipé d'un accessoire d'analyse EDX)
- un microscope à balayage à émission de champ en pression contrôlée 'environnemental' (FEI XL30, équipé entre autres d'un accessoire d'analyse EDX et de platines 'Haute Température')

Le CLYME est ainsi devenu un véritable centre de moyens et de compétences qui a parfaitement réussi dans les 3 missions qui ont prévalu à sa création, à savoir :

- i) S'engager au plan technique, administratif et scientifique pour le compte de la communauté des partenaires (pour l'essentiel, laboratoires "matériaux et procédés" de la région lyonnaise). En l'occurrence, les personnels attachés à la gestion du CLYME participent au soutien et au suivi des thématiques des laboratoires partenaires.
- ii) Assurer la formation des utilisateurs aux plans pratique et théorique (cours et TP de Master et sessions d'actualisation scientifique et technique – actuellement : stage annuel géré par le laboratoire MATEIS et CNRS Formation Entreprises au niveau national).
- iii) S'engager dans des actions spécifiques de caractérisation en vue de développer des compétences d'excellence. Les personnels attachés à la gestion du CLYM, enseignant-chercheurs et chargés de recherche, encadrent des doctorants sur des thèmes portant sur la compréhension et la modélisation physique des nouvelles méthodes de caractérisation microstructurale.

² site de la Doua, l'un des 2 pôles, avec le site Charles Mérieux, du projet Lyon Cité Campus retenu en 2008 dans le cadre de l'Opération "Campus", et abritant les établissements partenaires INSA et UCBL.



Ainsi, cette dynamique a donné naissance à de nouvelles ambitions et de nouveaux projets. A l'aube du CPER 2007-2013, les laboratoires universitaires partenaires regroupés au sein du CLYM ont ressenti le besoin de nouveaux équipements visant à faire sauter les verrous scientifiques identifiés en matière de caractérisation micro- et nano-structurale au travers de leurs activités de recherche (voir section suivante). De plus, la stratégie de gestion mutualisée démontrée par le CLYME les a incités à changer le contour de la structure.

C'est ainsi que le projet de Fédération CLYM : Centre Lyonnais de Microscopie a été porté fin 2006 pour une demande de reconnaissance "FED" auprès du Ministère (dossier 20071563, porteur : Prof. Daniel Araujo³) pour la contractualisation 2007-2010. La FED 4092 "CLYM" est donc le prolongement naturel du CLYME.

instruments	Lieu d'implantation	date du 1 ^{er} achat	descriptif
Microscopes du CLYME (1998-2007)			
MET 2010 F	INSA MATEIS	1997	microscope transmission (MET) Jeol 200 kV haute résolution analytique à émission de champ, Caméras CCD-TV et slow-scan 1Kx1K, EDX, EELS, HAADF (2003), Porte-objet analytique "Be" (2005), caméra numérique 2Kx2K (2008)
EFTEM Leo912	ECL LTDS	2000	microscope transmission Leo-Zeiss 120 kV filtre en énergie dans la colonne, accessoire diffraction 'cône', Caméra CCD, EDX (2008)
MEB ESEM XL30	INSA MATEIS	2002	microscope Fei XL 30 environnemental à émission de champ, EDX, fours 1000-1500°C, STEM

Tableau 1 : moyens mutualisés de l'ex-CLYME

1.A.1.b. Missions du CLYM

Telles que définies dans le projet initial de 2006, les missions du CLYM sont :

1. *Pérenniser une structure mettant à disposition des chercheurs de la région des équipements mi-lourds de caractérisation structurale.*
2. *Lever plusieurs verrous dans différents domaines scientifiques par une structuration des moyens et l'acquisition de nouveaux équipements.*
3. *Proposer un rôle d'acteur privilégié de la vie scientifique et professionnelle en région lyonnaise dans le domaine des matériaux en se positionnant aux interfaces des structures comme les fédérations de recherche, les clusters de recherche et les pôles de compétitivité.*

Sur le plan scientifique, les points 1) et 2) définissent un projet centré sur l'imagerie électronique avancée, et qui s'articule autour de 3 challenges essentiels en Sciences des (nano-)Matériaux : la microscopie in situ et dynamique en conditions environnementales réelles, la caractérisation 3D à résolution adaptée (du micromètre au nanomètre), la manipulation et le nano-usinage dans les domaines des nano-matériaux et des nano-technologies. Plus précisément, les verrous spécifiquement identifiés dans ce projet en matière de caractérisation des matériaux par moyens de microscopie sont :

Verrou 1 : imagerie in situ en mode environnemental

Verrou 2 : imagerie fine d'objets précieux ou minuscules

Verrou 3 : protection de l'environnement et diminution de la pollution dans le domaine des transports (additifs anti-usure, réduction de frottement dans les lubrifiants)

Verrou 4 : analyse 3D de nanomatériaux

Verrou 5 : propriétés intrinsèques et collectives des nano-objets et assemblées denses de nano-objets

Verrou 6 : vectorisation active

³ Daniel Araujo, recruté en 2005 sur un poste de Professeur des Universités au laboratoire MATEIS suite au départ en retraite de Claude Esnouf, secrétaire général du CLYME, a porté le projet CLYM jusqu'à son départ pour raisons personnelles au début de l'année 2007. Il a alors été remplacé par Thierry Epicier (Directeur de Recherches CNRS affecté au laboratoire MATEIS, umr CNRS 5510), élu en AG du CLYME le 25/04/2007.



Nous revisiterons ces questions scientifiques dans la partie Bilan (§. 1.B) à la lumière des avancées réalisées par les laboratoires partenaires du CLYM qui sont présentés dans la section 1.A.2. suivante.

1.A.2. Présentation des partenaires du projet

Les partenaires du projet, listés dans le **Tableau 2**, sont pour beaucoup historiquement ceux du CLYME. Une réorganisation a néanmoins eu lieu dès l'agrément de la FED CLYM du fait (i) du départ de partenaires, notamment privés⁴, qui ont souhaité ne pas poursuivre de manière récurrente leur investissement dans la structure, (ii) de certains regroupements récents (i.e. 2007) de laboratoires conduisant à une meilleure lisibilité et synergie sur des thèmes scientifiques porteurs (cas de l'INL dans le domaine de la micro- et nano-électronique, de l'IMP dans le domaine des matériaux polymères, et de MATEIS dans le domaine des Sciences des Matériaux).

Etablissement de rattachement principal	Label et n°	Intitulé de l'équipe	Nom et prénom du responsable	MSTP
INSA	MATEIS – UMR 5510	Matériaux, Ingénierie et Science	COURBON Joël	8
INSA-UCBL-Université de St-Etienne	IMP – UMR 5223	Institut des Matériaux Polymères	GERARD Jean-François	8
INSA	LaMCoS – UMR 5514	Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides	COMBESCURE Alain	8
ECL-INSA-UCBL	INL – UMR 5270	Institut des Nanotechnologies de Lyon	HOLLINGER Guy	9
INSA	CETHIL – UMR 5008	Centre de Thermique de Lyon	ESCUDIÉ Dany	8
ECL	LTDS – UMR 5513	Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes	MAZUYER Denis	8
UCBL	IRCELYON – UMR 5256	Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon	LACROIX Michel	-
UCB	LMI – UMR 5615	Laboratoire Multimatériaux et Interfaces	MIELE Philippe	4
UCB	LPMCN – UMR 5586	Laboratoire Physique de la Matière Condensée et Nanostructures	BARRAT Jean-Louis	2
UCB	CT μ	Centre Technologique des Microstructures	JULLIARD Karine	-
ENS	LST – UMR 5570	Laboratoire des Sciences de la Terre	DROMART Gilles	3
EMSE	SMS/PECM UMR 5146	Centre Sciences des Matériaux et des Structures	FORTUNIER Roland	-
UCBL	LPCML – UMR 5620	Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux Luminescents	JOUBERT Marie-France	2
INDUSTRIEL	ALCAN	Centre de Recherches de Voreppe	Contact : XOLIN Elodie	-
INDUSTRIEL	SCIENCE et SURFACE	Science et Surface SA - Ecully	BRISSOT Jacques	-
INDUSTRIEL	SNR	Société Nationale Roulements - Annecy	Contact : DUDRAGNE Gilles	-

Tableau 2 : laboratoires partenaires du CLYM

⁴ TOTAL (ex-ELF), RHODIA, LAFARGE.



Ces partenaires jouent un triple rôle dans la structure :

- (i) ils apportent les thématiques d'études sur la base de leur propre recherche
- (ii) ils mettent à 'disposition' du personnel pour aider au fonctionnement collectif de la structure, notamment en termes de maintenance (au sens large : technique et scientifique) des instruments dans le cadre d'une "Equipe-Microscope"
- (iii) ils assurent l'essentiel de l'équilibre financier de la structure en payant une cotisation annuelle et le coût de fonctionnement des heures de faisceau consommées, qui complètent les subventions de base pour équilibrer les dépenses, majoritairement constituées des contrats pour la maintenance inévitable et assuré par les constructeurs.

1.A.3. Présentation des outils du CLYM

La première mission de la plate-forme CLYM (§.1.A.1.b) implique de mutualiser les équipements présentant (i) une forte spécificité régionale, (ii) un intérêt collectif (en particulier lyonnaise sur un plan de proximité géographique), en matière de caractérisation microstructurale. Ainsi, la structure n'a pas pour but d'intervenir au niveau de tous les moyens des laboratoires (les instruments de routine et/ou à usage internes ont vocation à rester gérés par les unités qui les détiennent).

Dans ce contexte, 2 microscopes électroniques à transmission, 1 microscope à force atomique (AFM, issu de la plate-forme pluri-partenaires CLAMS : Consortium de Laboratoires d'Analyses par Microscopies à Sondes locales), 1 tomographe X et quelques accessoires de préparation ont rejoint le CLYM à sa création.

D'ici fin 2009, ce panel d'instruments s'enrichira d'un microscope à faisceau d'ions focalisé (FIB) double-colonne FIB commandé dans le cadre du projet d'équipement CPER 2007-2013 porté par le CLYM tel que prévu dans le cahier des charges de la Fédération.

A l'horizon 2012-2013, un autre instrument prévu dans le projet CPER sera acquis : le 'METET', un Microscope Électronique en Transmission Environnemental orienté Tomographie (voir §.1.B.1). Enfin, plusieurs projets de nouveaux instruments sont en discussion (cf. Partie 2, §.2.B.2)

Le détail de ce qui est opérationnel actuellement au CLYM est résumé dans le [tableau 3](#). Il est important de préciser ici que tous ces instruments ne sont pas versés à "la même hauteur" dans la structure : certains des équipements sont entièrement gérés par le CLYM (notamment ceux financés en commun, ou par des subventions publiques), d'autres sont en co-gestion avec les laboratoires qui les hébergeaient originellement.

D'ici 2014, et hors nouveaux projets (voir la partie : 2. Projet scientifique 2010-2014 du présent rapport), le CLYM devrait donc compter au moins 4 microscopes électroniques à transmission, 2 microscopes électroniques à balayage (ou assimilés - cf. 'FIB' -) et 2 autres instruments spécifiques d'imagerie :

- Un microscope électronique à transmission analytique 'FEG' (MET 2010 F)
- Deux microscopes électroniques à transmission (METs 2010 et Topcon)
- Un microscope électronique en transmission Environnemental / tomographique (METET, *CPER 2007-2013*)
- Un microscope 'FIB Double-colonne' (*CPER 2007-2013*)
- Un microscope électronique à balayage en mode environnemental (MEB 'ESEM')
- Un tomographe X
- Un microscope à force atomique (AFM digital)

Ces 8 unités sont illustrées sur la [figure 1](#).



instruments	lieu	date du 1 ^{er} achat	descriptif	quote-part CLYM (%)
Instruments existants de l'actuel CLYME				
MET 2010 F	INSA MATEIS	1997	microscope transmission (MET) Jeol 200 kV haute résolution analytique à émission de champ, Caméra CCD, EDX, EELS, HAADF (2003), PO. "Be" (2005)	100%
MEB ESEM XL30	INSA MATEIS	2002	microscope Fei XL 30 environnemental à émission de champ, EDX, fours 1000-1500°C, STEM	100%
EFTEM Leo912	ECL LTDS	2000	microscope transmission Leo-Zeiss 120 kV filtre en énergie dans la colonne, accessoire diffraction 'cône', Caméra CCD, EDX (2008)	50%
Instruments apportés par les laboratoires				
MET 2010	UCBL IRCELYON	1992	MET <i>Jeol</i> 200 kV haute résolution, EDX	25%
MET TOPCON	UCBL LPMCN	1997	MET <i>Topcon</i> 200 kV haute résolution – MET conventionnelle, EDX, caméra, compléments informatiques	50%
TOMOGRAPHE X	INSA MATEIS	2006	tomographe X <i>Phoenix x-ray</i> , résolution ~1 µm, Fours, Traction à chaud	50%
AFMs	INSA CLAMS	2001	microscope à force atomique Digital Di3100 (upgrade 2007 Nanoscope V)	100%
Préparations	INSA MATEIS	1995	1 scie à fil, meulage concave, 1 ultra-microtome, PIPS Gatan (2006 plasma cleaner Gala, 2007 évaporateur)	50%
Préparations	UCBL LPMCN	2005	1 PIPS Gatan	50%

Tableau 3 : Instruments en gestion mutualisée au CLYM (au 01/01/2009)



Figure 1 : panel d'appareils du CLYM. Les labels PROJET correspondent au "METET" (en haut à droite) et au "FIB" (en bas), tous 2 financés dans le cadre du CPER 2007-2013 (le dernier commandé en juin 2009).

1.B. Bilan des actions scientifiques du CLYM sur la période 2007-2009

1.B.1. Pilotage du projet d'équipements (CPER 2007-2013)

En accompagnement du démarrage de la Fédération CLYM, nous avons présenté un projet dans le cadre du CPER 2007-2013. Ce projet est en accord avec la mission 1 du CLYM : *Pérenniser une*



structure mettant à disposition des chercheurs de la région des équipements mi-lourds de caractérisation structurale. Il comprend 2 aspects :

- (i) Il constitue une demande d'**équipements nécessaires pour lever les verrous scientifiques en caractérisation, connaissance et contrôle des matériaux, identifiés comme cruciaux par la communauté des partenaires** (qui seront analysés dans la section suivante - 1.B.2 -) :
 - Une installation de nano-usinage couplée à une observation par imagerie électronique (**FIB**, pour *Focused Ion Beam*, technologie 'double-colonne' ionique et électronique)
 - Un **M**icroscope **E**lectronique à **T**ransmission **E**nvironnemental et '**T**omographique' (**METET**)
- (ii) il concerne une question cruciale de localisation, qui sera re-discutée dans ce rapport (partie 2.A.2).

Dans ce contexte, le budget immobilier + équipements correspondant au financement accordé dans le cadre du CPER se décompose comme suit (en € TTC) :

- Etat :	2,3 M€	dont :
	500 k€ sur le BOP 150 pour la construction	
	500 k€ (DGES 150) pour l'équipement	
	1,3 M€ du CNRS pour l'équipement	
- Région Rhône-Alpes :	1,7 M€	
- "Grand Lyon" :	1,0 M€	
TOTAL :	5,0 M€ TTC	dont : 0,5 M€ réservé à l'immobilier
(4,180 ₆ M€ HT)	4,5 M€ réservé à l'équipement	

Le premier des équipements (FIB 'double-colonne') représentait notre priorité d'acquisition, tant le FIB est devenu aujourd'hui un outil indispensable à l'étude fine des matériaux. Il s'agit d'une installation à fonctions multiples :

- assurer la préparation pour la MET d'objets extraits de zones ciblées à la fraction de micromètre près (gravure, découpe, et plus généralement usinage sous l'action d'un faisceau d'ions gallium, à l'échelle de quelques nanomètres et entièrement automatisable)
- permettre la reconstruction 3D d'objets nanométriques dans des grands volumes, jusqu'à 10x10x10 µm³ typiquement (méthode de découpes séquentielles, qui consiste à abraser une surface en profondeur par des passes contrôlées, et à reconstruire numériquement le volume exploré section par section (plusieurs micromètres²) avec une résolution proche du nanomètre)
- déplacer / organiser la matière grâce à des micro-manipulateurs repositionnables à des précisions nanométriques
- disposer d'injecteurs de gaz pour découpe / 'soudage' dans des conditions et géométries spécifiques.

La disponibilité d'options de plus en plus performantes sur ce type d'appareillages permet de qualifier le FIB d'outil universel, tant sa versatilité offre de potentialités en Sciences de la matière. Ainsi, et compte-tenu des thématiques liés aux verrous évoqués ci-après (§.1.B.2), nous avons choisi d'équiper notre FIB d'accessoires analytiques fournis par la société Oxford Instruments : EBSD (Electron BackScattered Diffraction, permettant l'analyse cristallographique tri-dimensionnelle) et EDX (analyseur Energy-Dispersive X-ray, permettant l'analyse chimique associée). Cette stratégie délibérément orientée "3D" se poursuivra d'ailleurs au travers d'une thèse financée par le constructeur fournisseur de l'équipement (société ZEISS) dans le cadre d'un mécénat de doctorat des entreprises (sujet sur lequel nous reviendrons au §.2.B.1).

Nous avons également choisi d'adjoindre 2 micro-manipulateurs fournis par la société NanoTechnik, actuellement un des fournisseurs les plus prometteurs sur le marché. De tels outils sont notamment indispensables pour le déplacement des lames minces en fin de préparation.

Enfin, le modèle et le constructeur retenus offrent la possibilité de coupler ultérieurement l'instrument avec un spectromètre de masse pour pratiquer des analyses élémentaires fines en cours d'usinage. Cet instrument polyvalent (**figure 2**) a été commandé en juin 2009 dans le cadre d'une procédure de marché public gérée par l'INSA de Lyon.

Il nous reste à préparer la seconde acquisition (METET), programmée plus vers la fin du CPER 2007-2013 (voir partie 2.A.1).



Figure 2 : vue générale du microscope FIB (modèle Nvision 40 © Zeiss, le fournisseur retenu <http://www.smt.zeiss.com/>)

1.B.2. Réponses spécifiques aux verrous scientifiques

Nous reprenons ici point par point les verrous technologiques mis en avant lors du dossier de création de la Fédération CLYM fin 2006 afin d'en juger l'état d'avancement à la période actuelle.

1.B.2.a. Verrou 1 : imagerie *in situ* en mode environnemental

A la fin 2006, le CLYME avait pris en main le microscope à balayage à émission de champ travaillant en mode environnemental gazeux acquis fin 2002. De nombreuses études ont ainsi été développées, aboutissant sur la période d'évaluation à des travaux originaux et valorisés par des publications souvent pluri-partenaires (voir liste ci-dessous).

Un exemple d'effet structurant du CLYM peut être donné au travers du "WET-STEM". Ce nouveau mode d'imagerie en condition environnementale 'humide' en transmission dans un MEB a été développé au laboratoire MATEIS lors d'une thèse soutenue en 2006⁵. Il permet d'observer dans leur état naturel des objets hydratés, ou baignant dans un milieu liquide (solutions colloïdales, hydrogels, lubrifiants). Depuis, cette technique d'imagerie a été partagée et peut être utilisée par l'ensemble des partenaires du CLYM ; elle s'est avérée d'une grande pertinence pour étudier avec une résolution quasi-nanométrique dans le meilleur des cas la répartition des objets au sein du liquide, voire leurs hétérogénéités internes directement dans leur milieu naturel.

La **figure 3** illustre, de manière non exhaustive, certaines de ces études portant sur différents types de matériaux : (bio-) polymères (**fig.3a**)⁶, nano-composites de type nano-vecteurs pour applications médicales (**fig. 3b**)⁷, ou lubrifiant liquide utilisé dans des applications tribologiques (**fig. 3c**)⁸.

⁵ Thèse A. Bogner, INSA-Lyon, 2006.

⁶ Les polysaccharides en solution ou à l'état divisé trouvent de très nombreuses applications dans le secteur biomédical, cosmétique, agroalimentaire. Ce sont souvent des polyélectrolytes à caractère hydrophobe (alginate, chitosane, acide hyaluronique etc...). La solution est aussi le point de départ pour l'élaboration de gels, de fils ou de films à base de polymères naturels dont l'état structural est partiellement hérité de celui de la solution.

⁷ Voir section évoquant la vectorisation active (§. 1.B.2.f).

⁸ Le microscope électronique à Balayage ESEM XL30 a été utilisé par le LaMCoS au cours de ces 4 dernières années afin de caractériser les morphologies et la chimie des troisièmes corps (interface qui se forme *in situ* en tribologie lors du contact entre deux premiers corps). L'exemple présenté (**fig. 3c**) est de type troisième corps mixte ({fluide + solide}), constitué de deux composants, un lubrifiant fluide introduit dans le contact et des particules solides détachées *in situ*. Lors du fonctionnement tribologique du contact, différentes échelles sont activées ainsi qu'un couplage multiphysique (mécanique, physico-chimique). La rhéologie du troisième corps qui contrôle le frottement, résulte de la compétition entre cinétique mécanique et cinétique réactionnelle. Pour caractériser au mieux les troisièmes corps du type {fluide + solide}, il est nécessaire de pouvoir observer les

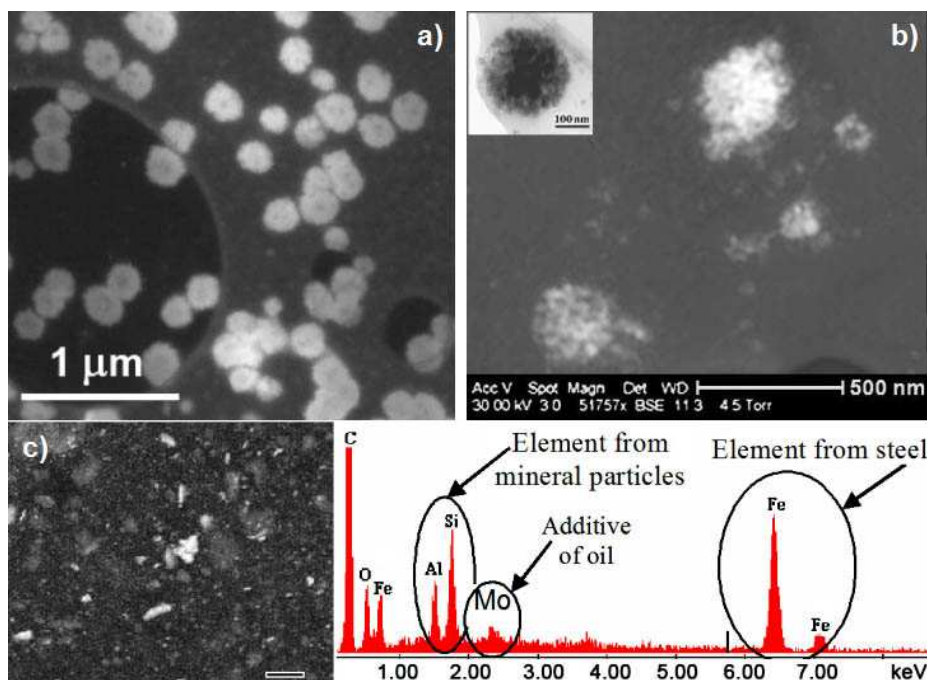


Figure 3 : illustrations d'études environnementales d'objets hydratés à l'aide du microscope ESEM du CLYM.

a) : imagerie de polyélectrolytes à caractère hydrophobe (ici, chitosanes) en WET-STEM. L'observation directe de ces nano-objets, une première, révèle une structure de type cœur-coquille (*laboratoire IMP*).

b) : étude de nanovecteurs sphériques (diamètre moyen de quelques centaines de nm) composites constitués d'un polymère biocompatible PLLA encapsulant des nanoparticules de magnétite de taille de l'ordre de 10 nm, pour la vectorisation pharmaceutique et médicale. La structure composite des nanosphères (à comparer avec l'insert MET) est révélée, mais vue ici en suspension dans le liquide, avec une résolution de 2-3 nm (*laboratoire LPMCEN, collaboration LAGEP, umr CNRS 5007, Université Lyon I*).

c) : observations environnementales post-mortem des surfaces frottantes dans le cadre d'un contact roue-rail. L'image en électrons rétrodiffusés montre des particules partiellement immergées dans l'huile, mais affleurant la surface. Ce résultat, complété par des analyses EDX, montre que les "troisièmes corps" formés in situ sont composés d'un mélange de particules solides issues des corps en contact, et du lubrifiant fluide initial, i.e. une huile de base minérale additivée avec des nanoparticules - additifs 'extrême pression' - (*laboratoire LaMCoS*).

Un autre apport majeur de l'ESEM du CLYM est sa versatilité en matière d'études in situ pour suivre notamment des réactions physico-chimiques (notamment, oxydation) en température, sous air ou atmosphère contrôlée. La **figure 4** propose quelques illustrations : croissance de nanotubes (**fig. 4a**), oxydation de revêtements de surface (**fig. 4b**)⁹, et surface de catalyseurs (**fig.4c**)¹⁰.

particules solides tout en les conservant dans le milieu fluide, ce que permet aisément l'ESEM du CLYM dans le mode "WET-STEM".

⁹ La surface des outils de coupe avancés est désormais protégée par des films céramiques à base de nitrures, dont le devenir à haute température est encore mal compris. Des mesures dynamiques de réactions d'oxydation ont ainsi été conduites in situ et en temps réel dans l'ESEM (chauffage à 1000°C sous vapeur d'eau). La chronologie et la nature de l'attaque du revêtement sont alors parfaitement caractérisées. Des essais complémentaires en 'cyclage' thermique ont en outre permis d'identifier des mécanisme de fissuration, contribuant ainsi à la compréhension des phénomènes mis en jeu en fatigue thermique (*laboratoire MATEIS*).

¹⁰ diverses études portant sur le suivi des modifications de surface de catalyseurs ont été mises en oeuvre par le laboratoire IRCELYON : par exemple, catalyseurs massiques Ni(Co)-Mo-S préparés en solution contenant des tensioactifs non-ioniques (ces catalyseurs montrent une activité exceptionnelle dans les réactions d'hydrodésulfuration (HDS) du thiophène et diméthyle dibenzothiophène ; hydrolyse de NaBH₄ en présence de catalyseurs à base de borure de cobalt. L'exemple illustré dans la **fig. 4c**) concerne l'utilisation d'argent pour l'oxydation du méthanol (*collaboration avec MATEIS*) : les "piqûres" ou micro-cratères en surface seraient dues à la migration de cavités formées par réaction entre l'hydrogène et l'oxygène dissous dans le volume.

D'autres observations in situ ont également été réalisées sur des bio-verres ou des poudres céramiques (frittage et cristallisation, MATEIS).

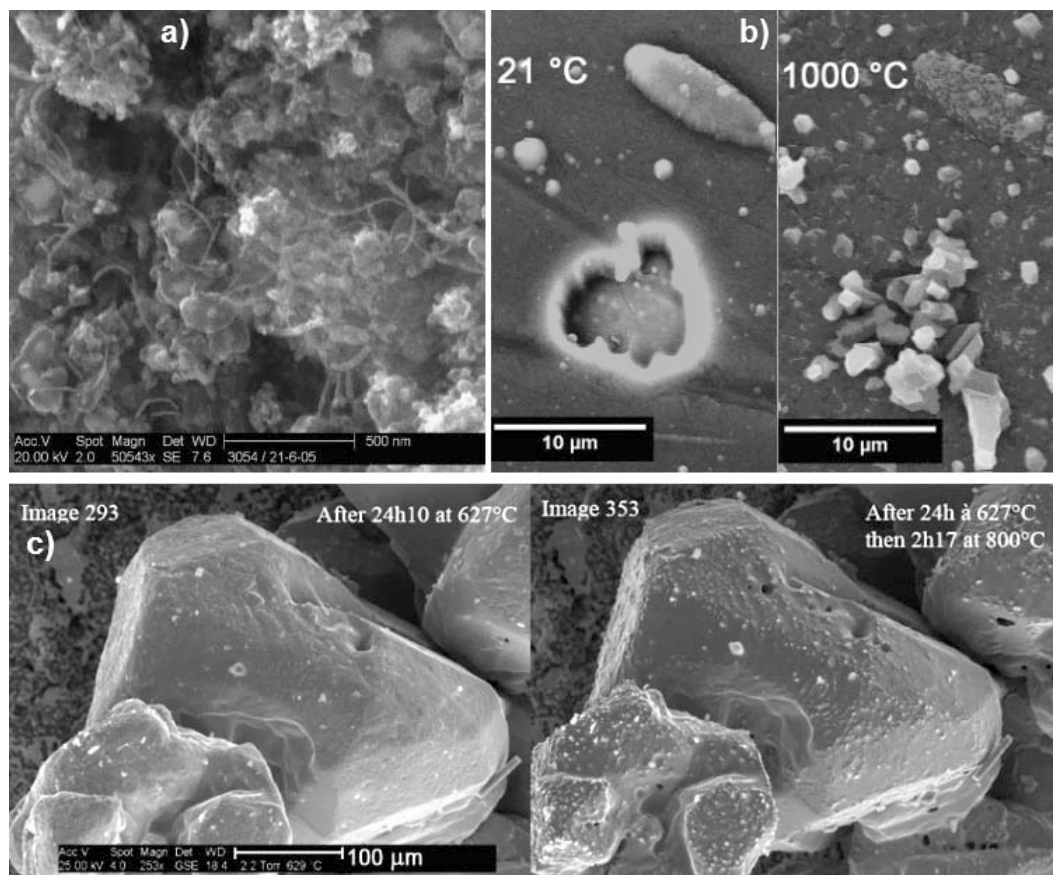


Figure 4 : illustrations d'études in situ en température à l'aide du microscope ESEM du CLYM.
a) : cinétique de croissance de nanotubes de carbone par chauffage sous éthylène à partir de catalyseurs de Nickel sur alumine. Même si la résolution en température s'est avérée trop faible pour résoudre les fins NTs formés, ceux-ci sont clairement mis en évidence après retour à l'ambiante (*laboratoire IRCELYON*).
b) : oxydation in situ sous atmosphère de vapeur d'eau d'un acier revêtu d'une couche de TiSiN ; on observe clairement et in situ le rôle des défauts pré-existants, notamment porosités et 'gouttelettes' (*laboratoire MATEIS*).
c) : évolution morphologique de catalyseurs d'argent lors de l'oxydation du méthanol en formaldéhyde observée in situ en mode ESEM : formation de trous (cratères) à la surface après chauffage au-delà de 600°C (*collaboration MATEIS - IRCELYON et société ARKEMA*).

Pour conclure sur ce point, nous ne développons pas ici en détails le très grand nombre d'utilisations de l'ESEM en mode 'haut vide' par l'ensemble des partenaires du CLYM. De même, cet instrument est souvent utilisé en 'basse pression' (*low vacuum*), qui n'est pas un apanage des instruments dédiés à l'environnemental, mais qui présente un confort d'observation important pour les matériaux non-conducteurs (polymères, céramiques, semi-conducteurs).

Publications sur le thème :

A. Bogner, P.H. Joneau, G. Thollet, D. Basset, C. Gauthier, "A history of scanning electron microscopy developments: Towards "wet-STEM" imaging", *Micron*, **38**, 4, (2007), 390-401.

A. Vermogen, K. Masenelli-Varlot, G. Vigier, B. Sixou, G. Thollet, J. Duchet-Rumeau "Clay Dispersion and Aspect Ratios in Polymer-Clay Nanocomposites", *J. Nanosci.Nanotechnol.*, **7(10)**, (2007), 1-12 (*collaboration IMP – MATEIS*)

AR. Boccaccini, Qizhi Chen, L Lefebvre, L. Gremillard, J. Chevalier, " Sintering, crystallisation and biodegradation behaviour of Bioglasses-derived glass–ceramics", *Faraday Discuss.*, **136**, (2007), 27–44



S. Popa-Nita, P. Alcouffe, C. Rochas, L. David, A. Domard, "Formation of sub-micrometric heterogeneities in polysaccharide solutions : Role on gelation mechanisms", soumis à *Biomacromolecules*, (2009), cf. illustration **figure 3a**.

S. Bosquain, A. Bogner, N. Dupont, G. Thollet, C. Gauthier, G. Fuchs, J.-L. Dubois, C. Mirodatos and A.C. van Veen, "In-situ monitoring of morphological changes for silver catalysts during the catalytic oxidation of methanol to formaldehyde using Environmental Scanning Electron Microscopy with a micro-reactor", *soumission en cours*, (2009) (*collaboration IRCELYON – MATEIS et société ARKEMA*), cf. illustration **figure 4c**.

A. Saulot, S. Descartes, Y. Berthier, "sharp curved track corrugation: from corrugation observed on-site, to corrugation reproduced on simulators", *Tribology Intern.*, *manuscript accepté sous presse*, disponible en ligne (7 Mai 2009), cf. Illustration **figure 3c**.

A. Mège-Revil, P. Steyer, G. Thollet, R. Chiriach, C. Sigala, J.C. Sánchez-Lopéz, C. Esnouf, "Thermogravimetric and in situ SEM characterisation of the oxidation phenomena of protective nanocomposite nitride films deposited on steel", *Surface and Coatings Technology*, *manuscript accepté sous presse*, disponible en ligne (3 Juillet 2009).

V.A. Maraloiu, M.G. Blanchin, "Wet-STEM, a new transmission ESEM mode for evaluation of nanovectors", *soumis*, (2009), cf. illustration **figure 3b**.

1.B.2.b. Verrou 2 : imagerie fine d'objets précieux ou minuscules

Cette thématique fait clairement référence aux échantillons 'rares', dont la quantité est limitée, ou contenant une zone intéressante très localisée.

Un cas très représentatif est celui des échantillons de type météorites, que manipule le LST de l'ENS. L'étude des transformations de phases et conditions de formation des minéraux constituant ces objets extra-terrestres nécessite généralement des observations par Microscopie Electronique, mais on ne peut se permettre une préparation classique (notamment pour les lames minces de MET) en raison de l'extrême rareté et préciosité des échantillons (quelques centaines à milliers d'euros par gramme, et souvent quelques grammes voire centaines de milligrammes seulement disponibles). Ce constat a motivé l'intérêt du LST pour le projet FIB (le laboratoire étant partenaire du CLYM(E) depuis 2005).

Comme on l'a vu au paragraphe I.B.1, l'outil FIB est attendu pour la fin 2009 et n'est donc toujours pas disponible... Néanmoins, le LST a utilisé les différentes techniques de caractérisation de microscopie électronique disponibles au CLYM pour répondre à des questions scientifiques dans ses thèmes de recherche : (i) interaction minéral-vivant et origine de la vie, (ii) système solaire primitif et planètes, (iii) déformation dans les zones de subduction. Nous présentons ici un seul exemple lié au dernier thème, et qui concerne l'évolution des phases minéralogiques 'serpentes'¹¹ lors des processus de subduction, et plus particulièrement les phénomènes de déformation et transformations de phases. L'imagerie sismique de ces zones montre généralement la présence d'une couche de serpentes hautement déformable (*Hilairiet et al., 2007*), dont les extensions latérale et en épaisseur sont mal connues, bien qu'elles déterminent la présence ou l'absence de séismes majeurs. En complément de mesures des constantes élastiques d'un monocristal d'antigorite par spectroscopie Brillouin, l'orientation préférentielle des grains a été déterminée par diffraction des électrons rétro-diffusés en MEB (EBSD, cf. **figure 5**). Cette étude a été faite dans le cadre des tests sur les périphériques analytiques qui équiperont le FIB du CLYM (i.e. EBSD). Le couplage des deux techniques montrent que la forte anisotropie sismique observée dans les serpentes est principalement liée à une forte orientation cristallographique préférentielle qui avait été largement sous-estimée jusque maintenant. Ceci constitue une première étape vers la compréhension des images sismiques des zones de subduction (plusieurs articles concernant cet aspect sont en cours d'écriture ou déjà soumis).

¹¹Les serpentes sont des phyllosilicates hydratés qui résultent de l'interaction des fluides aqueux issus de la déshydratation des plaques océaniques qui entrent en subduction avec les roches du manteau terrestre. L'antigorite (principale phase minérale de ces roches) a une structure monoclinique : $a = 4.353 \text{ nm}$, $b = 0.9259 \text{ nm}$, $c = 0.7263 \text{ nm}$ et $\beta = 91.633^\circ$.

D'autres partenaires du CLYM ont souvent été confrontés à la problématique d'étude d'objets 'rares' ou extrêmement localisés. C'est le cas du LTDS : en tribologie, le prélèvement de coupes fines localisées est nécessaire pour l'étude des tribofilms formés lors du frottement ou la transformation mécanique et/ou chimique de couche(s) protectrice(s) déposée(s) sur des surfaces¹² (cf. figure 6a). Dans cette approche, une utilisation originale de l'EELS a pu être mise en œuvre, qui consiste à relier la position en énergie du pic de plasmon de volume à la 'rigidité' du matériau (cf. figure 6b). D'autres études, non mentionnées ici par souci de concision, ont également été réalisées par différents laboratoires (INL, MATEIS, IRCELYON), notamment lors des tests de démonstration de FIB auprès des constructeurs potentiels.

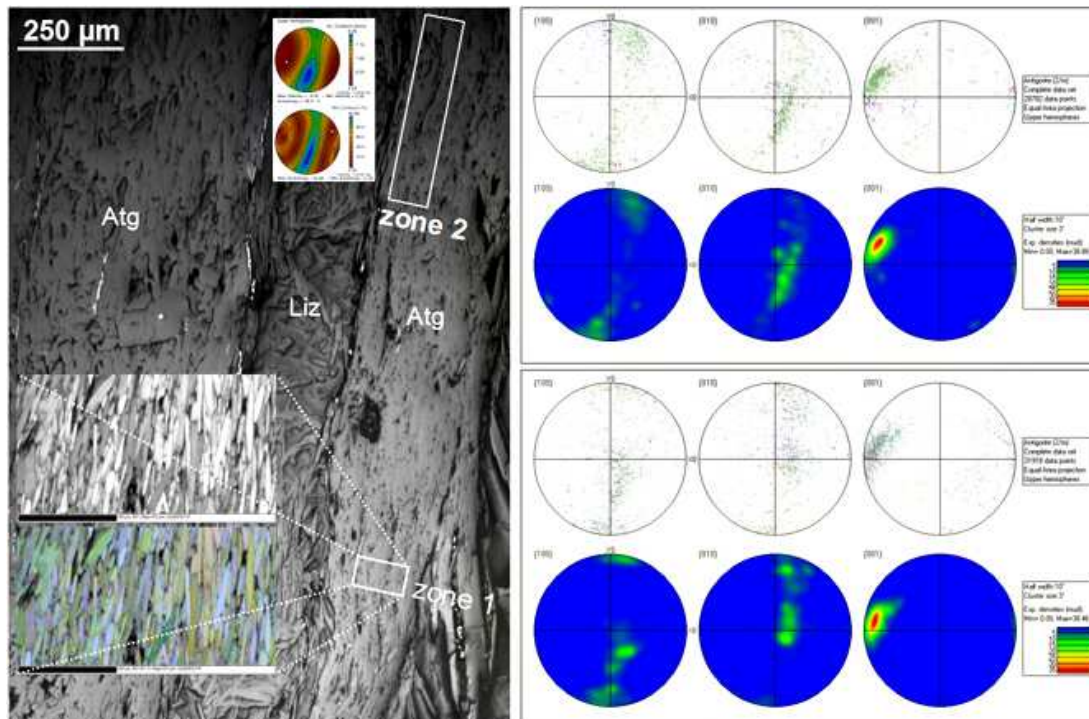


Figure 5 : étude d'orientation cristallographique en EBSD de serpentines.

A gauche : micrographie optique d'une section perpendiculaire à une foliation macroscopique. Une texture apparaît entre des plaquettes d'antigorite (**Atg**) et de larges zones de lizardite (**Liz**) traversées par des lamelles d'antigorite orientées aléatoirement. A droite, diverses figures de pôles déduites de l'analyse EBSD (détails dans la thèse de L. Bezacier, en cours; laboratoire LST). En insert à gauche : 'cartographies' liées aux vitesses de propagation des ondes sismiques calculées à partir des orientations EBSD et des constantes élastiques.

Publications sur le thème :

P. Beck, JA. Barrat, P. Gillet, M. Wadhwa, M. Franchi, RC. Greenwood, M. Bohn, J. Cotten, B. van de Moortèle, B. Reynard, "Petrography and Geochemistry of the chassignite Northwest Africa 2737(NWA 2737)", *Geochimica Cosmochimica Acta*, **70**, (2006), 2127-2139

N. Hilairt, B. Reynard, YB. Wang, I. Daniel, S. Merkel, N. Nishiyama and S. Petitgirard, "High-pressure creep of serpentine, interseismic deformation, and initiation of subduction", *Science*, **318**, (2007), 1910-1913.

¹² La découpe de lames minces dans ces matériaux est aujourd'hui possible de façon quasi-non destructive, grâce à l'usinage *FIB*. Des études prospectives ont ainsi été effectuées sur des couches de DLC (*Diamant Like Carbon*), pour l'étude du supra glissement de couches minces à base de carbone déposées sur de l'acier ou du silicium, avant et après frottement. En réalisant des lames minces en coupe transverse par FIB, la structure des revêtements peut être étudiée, ses propriétés et son interface caractérisées par HREM et par EFTEM, et les éventuelles modifications liées à différentes conditions de frottement peuvent ainsi être identifiées (par exemple, Il a été mis en évidence que lors du frottement du Ta-C en présence de glycérol, une graphitisation du DLC s'opérait sous forme de structure en arborescence - L. Joly-Pottuz et al., *J. Appl. Phys.*, 2007 -).

- B. Van de Moortèle, B. Reynard, P. Rochette, M. Jackson, P. Beck, P. Gillet, PF McMillan, CA. McCammon, "Shock-induced metallic iron nanoparticles in olivine-rich Martian meteorites", *Earth and Planetary Science Letters*, doi: 10.1016/j.epsl.2007.07.002, (2007).
- B. Van de Moortèle, B. Reynard, PF. McMillan, M. Wilson, P. Beck, P. Gillet, S. Jahn, "Shock-induced transformation of olivine to a metastable (Mg,Fe)₂SiO₄ polymorph in Martian meteorites", *Earth and Planetary Science Letters*, doi: 10.1016/j.epsl.2007.07.030, (2007).
- T. Ferroir, P. Beck, B. Van de Moortèle, M. Bohn, B. Reynard, A. Simionovici, A. El Goresy, P. Gillet "Akimotoite in the Tenham meteorite: Crystal chemistry and high-pressure transformation mechanisms", *Earth and Planetary Science Letters*, doi:10.1016/j.epsl.2008.07.048, (2008).
- L. Joly-Pottuz, C. Matta, MI. De Barros-Bouchet, , B. Vacher, JM. Martin, T. Sagawa, "Superlow friction of ta-C lubricated by glycerol. An energy loss spectroscopy study", *Journal of Applied Physics*, **102**, 6, (2007), 064912.
- Ph. Steyer, A. Mege, D. Pech, C. Mendibide, J. Fontaine, J.-F. Pierson, C. Esnouf, P. Goudeau, "Influence of the nanostructuring of PVD hard TiN-based films on the durability of coated steel", *Surface and Coatings Technology*, **202**, 11, (2008), 2268-2277.
- F.J. Cadete Santo Aires, G. Garcia-Cervantes, J.C. Bertolini, "Surface modification of Pd/ α -Si₃N₄ catalysts through the solvent used during synthesis. Implications on the CO chemisorption properties and catalytic performances", *Catalysis Letters*, **129**, (2009), 266-272.

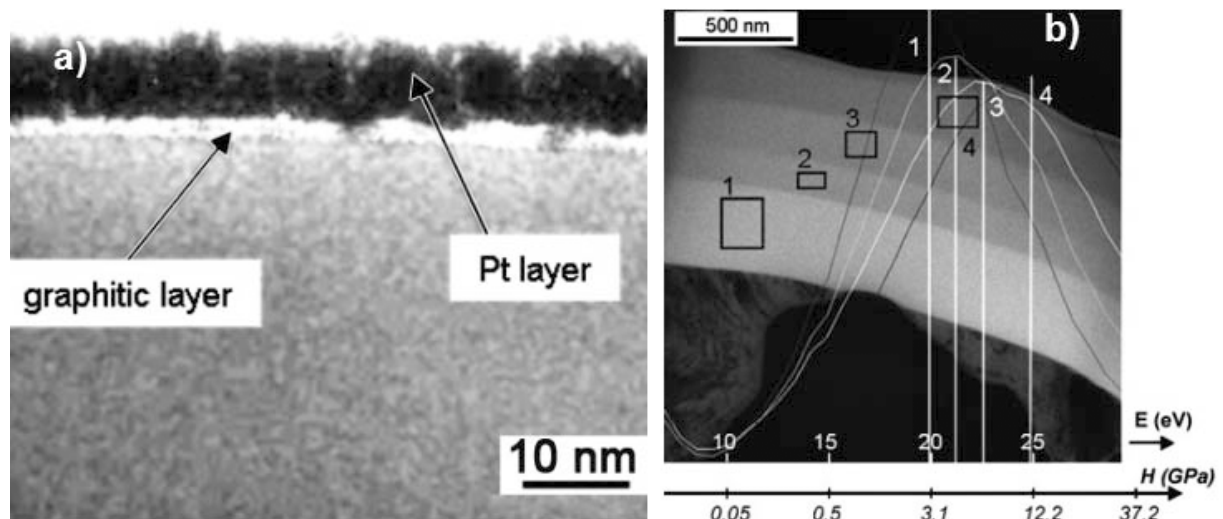


Figure 6 : études MET de revêtements DLC sur coupe transverse 'FIB' (L. Joly-Pottuz et al., *J. Appl. Phys.*, 2007)

- a) : mise en évidence d'une couche graphitique à l'extrême surface, protégée par un dépôt de platine au moment du 'fibage' (thèse LTDS, Matta C., ECL, n° d'ordre 2008-06).
- b) : conversion de la position du plasmon de volume de différentes régions d'un dépôt DLC multi-couches en dureté H (en Gpa), d'après une relation établie dans la littérature [HOWE J.M., OLESHKO V.P., *J. of Electron Microsc.*, **53**, 4, (2004), 339-351].

1.B.2.c. Verrou 3 : additifs anti-usure (réduction de frottement dans les lubrifiants)

L'une des principales préoccupations de notre société aujourd'hui est la protection de l'environnement et la diminution de la pollution, dans le domaine des transports. Les additifs actuellement utilisés comme anti-usure et réducteur de frottement sont des composés organiques à base de soufre et de phosphore (un des plus utilisés est le dithiophosphate de zinc ZnDTP). Leur mode d'action au niveau des points sensibles du moteur est complexe. Il est basé sur des réactions chimiques induites par la température, qui entraînent d'ailleurs la formation de composés particulièrement nocifs.

Depuis plus de 30 ans le LTDS a travaillé sur l'interaction tribochimique entre ces différents additifs de lubrification, et les tribofilms formés sur les surfaces. Les derniers travaux en Microscopie

Electronique ont porté sur des systèmes à base de nanoparticules à structures fermées, comme remplaçants potentiels des additifs à action tribologique positive mais nocifs : par exemple, différents nanotubes et oignons dispersés dans une base lubrifiante (cf. illustration **figure 7**).

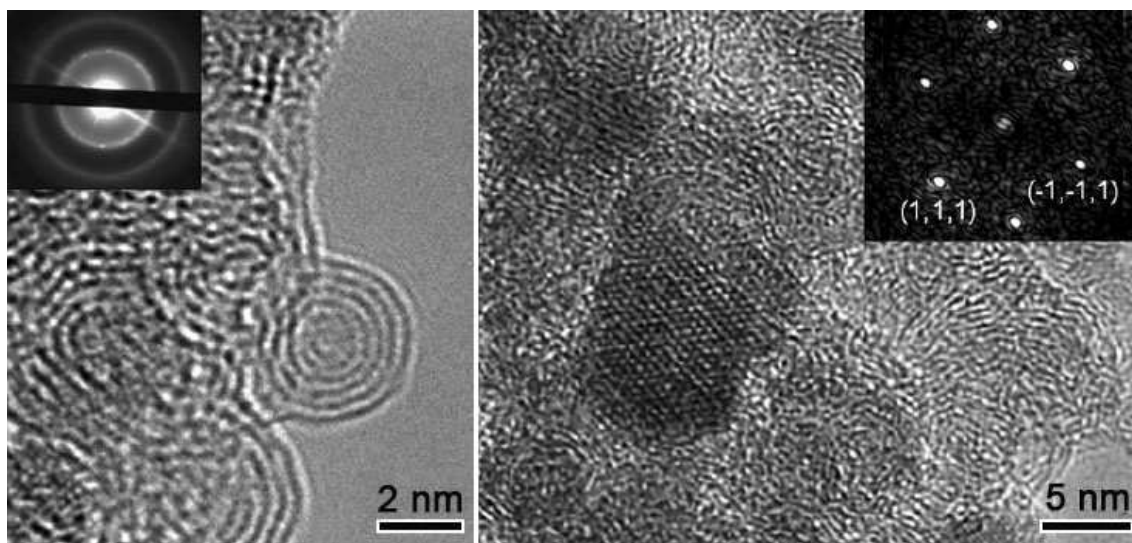


Figure 7 : propriétés anti-usure d'oignons de carbone dans des tests de frottement sur acier (L. Joly-Pottuz et al, *Tribology Letters*, 2008). *A gauche* : image METHR des oignons de carbone ; *à droite* : examen du tribofilme, mettant en évidence des nano-particules cristallisées de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (identifiées cristallographiquement et chimiquement en EELS ; *collaboration LTDS – MATEIS*).

Publications sur le thème :

Dassenoy F., Joly-Pottuz, L., Belin M., Vacher B., Martin J.M., Vrbanic D., Mihailovic D., "Tribological performances of Mo-S-I nanowires", *Journal of the European Ceramic Society*, **27**, 2-3, (2007), 915-919.

Tagawa M., Yokota K., Matsumoto K., Suzuki M., Teraoka Y., Kitamura A., Belin M., Fontaine J., Martin J.M., "Space environmental effects on MoS_2 and diamond-like carbon lubricating films: atomic oxygen-induced erosion and its effect on tribological properties", *Surface and Coatings Technology*, **202**, 4-7, (2007), 1003-1010

Matta C., Joly-Pottuz L., De Barros Bouchet M. I., Martin J.M., Kano M., Zhang Q., Goddard III W.A., "Superlubricity and tribochemistry of polyhydric alcohols", *Phys. Rev. B*, **78**, (2008), 0855436.

Joly-Pottuz L., Matsumoto N., Kinoshita H., Vacher B., Belin M., Montagnac G., Martin J.M., Ohmae N., "Diamond-derived carbon onions as lubricant additives", *Tribology International*, **41**, (2008), 69-78, (*collaboration LTDS – MATEIS*)

Gauvin M., Dassenoy F., Belin M., Minfray C., Guerret-Piécourt C., Bec S., Martin J.M., Montagnac B., Reynard B., "Boundary lubrication by pure crystalline zinc orthophosphate powder in oil", *Tribology Letters*, **31**, 3, (2008), 139-148, (*collaboration LTDS – LST*)

Joly-Pottuz L., Vacher B., Le Mogne T., Martin J.M., Mieno T., He C.N., Zhao N.Q., "The role of nickel in Ni-containing nanotubes and onions as lubricant additives", *Tribology Letters*, **29**, 3, (2008), 213-219, (*collaboration LTDS – MATEIS*)

Joly-Pottuz L., Vacher B., Ohmae N., Martin J.M., Epicier T., "Anti-wear and friction reducing mechanisms of carbon nano-onions as lubricant additives", *Tribology Letters*, **30**, 1, (2008), 69-80, (*collaboration LTDS – MATEIS*)

Joly-Pottuz L., Martin J.M., De Barros Bouchet M. I., Belin M., "Anomalous low friction under boundary lubrication of steel surfaces by polyols", *Tribology Letters* **34**, 1, (2009), 21-29, (*collaboration LTDS – MATEIS*)

Mary C., Le Mogne T., Beaugraud B., Vacher B., Martin J. M., Fouvry S., "Tribochemistry of a Ti alloy under fretting in air: Evidence of titanium nitride formation", *Tribology Letters*, **34**, 3, (2009), 211-222.



1.B.2.d. Verrou 4 : analyse 3D de nano-matériaux

Comprendre le rôle des hétérogénéités des matériaux sur leurs propriétés physiques, chimiques, mécaniques (plus généralement leurs propriétés d'usage multi-fonctionnelles) nécessite une connaissance tri-dimensionnelle ('3D') de leur nature, morphologie et distribution. Ainsi, la distribution des charges dans un polymère, la répartition de porosités, les connexions internes dans les alvéoles, la distribution des précipités au sein d'un alliage métallique, sont autant d'exemples qui avaient été cités à la constitution de ce dossier pour appuyer la nécessité de développer des approches tomographies¹³ en Sciences des Matériaux, et à l'échelle 'microscopique'.

Dans l'absolu, le synoptique suivant résume les techniques d'imagerie 3D en Sciences des Matériaux en relation avec leur résolution :

échelle spatiale	μm	→	nm	→	Å
technique adaptée	Tomo-X		microscopies électroniques		sonde atomique

Nous couvrons aujourd'hui 2 des 3 domaines d'échelle évoqués (le micron et le nanomètre).

La mise en service mi-2006 au laboratoire MATEIS d'un tomographe X¹⁴ acquis avec le soutien du CNRS, a contribué à développer ce thème, déjà largement traité au travers d'expérimentations faites à l'ESRF (notamment par le laboratoire MATEIS). Les performances de cet appareillage (taille de voxel 1.5 μm ; la **figure 8** illustre la gamme d'échelle couverte par l'instrument) le rendent bien adapté à des études sur la modélisation de la durabilité des matériaux de structure : la connaissance 3D obtenue en tomographie alimente des programmes de simulation numérique, dans le but d'appréhender le comportement du matériau lors de sollicitations thermo-mécaniques. Un autre intérêt de cet appareillage est sa proximité ; ceci a été mis à profit pour développer des expériences in situ sur des objets massifs à l'intérieur du tomographe. Un grand nombre de machines ont ainsi été conçues (traction compression, fatigue, refroidissement, double torsion, pression hydrostatique), qui permettent donc de réaliser des analyses tomographiques au cours de sollicitations thermomécaniques.

Cette technique de tomographie X n'offre néanmoins qu'une résolution de l'ordre de grandeur du micromètre ou du dixième de micromètre sur les lignes dédiées à l'ESRF. L'ambition d'aborder des nanostructures a donc nécessité des développements méthodologiques en Microscopie Electronique. Le laboratoire MATEIS a donc, durant la période considérée, entrepris 2 thèses soutenues respectivement en 2008 (P. Jornsano) et 2009 (S. Benlekbir). La première était dédiée, entre autres, à la mise au point d'une technique originale de tomographie en mode transmission dans le microscope à balayage (cf. **figure 9a**), développée sur l'ESEM du CLYM.

Ce travail a notamment donné lieu à la réalisation d'une platine de rotation à $\pm 180^\circ$, qui a conduit à un brevet fin 2006. Les expériences réalisées démontrent une résolution accessible dans une gamme d'échelle 'mésoscopique' (de la centaine à la dizaine de nm).

¹³ L'ensemble des techniques de tomographie, hormis celles mises en jeu dans un FIB par la technique d'abrasions séquentielles (voir plus loin), sont improprement nommées dans la mesure où elles reposent sur la reconstruction numérique du volume à partir de séries de projections acquises en inclinant l'objet dans une très large gamme angulaire (typiquement une centaine d'images sur 120° au minimum)

¹⁴ Cet appareil fait partie du pool de "microscopes" du CLYM. Il est géré par les spécialistes locaux de cette technique et est aujourd'hui utilisé à 95% du temps. Les utilisateurs sont principalement les membres du consortium formé pour l'investissement (laboratoires avec l'aide du CNRS -MATEIS, SIMAP-, cluster de recherche MACODEV, industriels, IFP et par les membres du CLYM) mais aussi par des utilisateurs extérieurs sous forme de prestation.

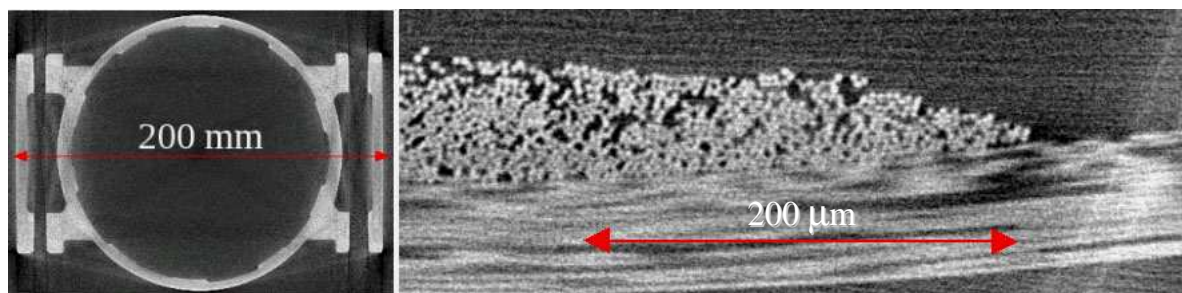


Figure 8 : Reconstructions 3D d'échantillons grâce au tomographe X.

Les exemples (carter en alliage d'aluminium à gauche, fibres de verre - thèse P. Badel, MATEIS, INSA-Lyon - à droite) couvrent les ordres de grandeur de résolution accessibles en routine sur cet appareil.

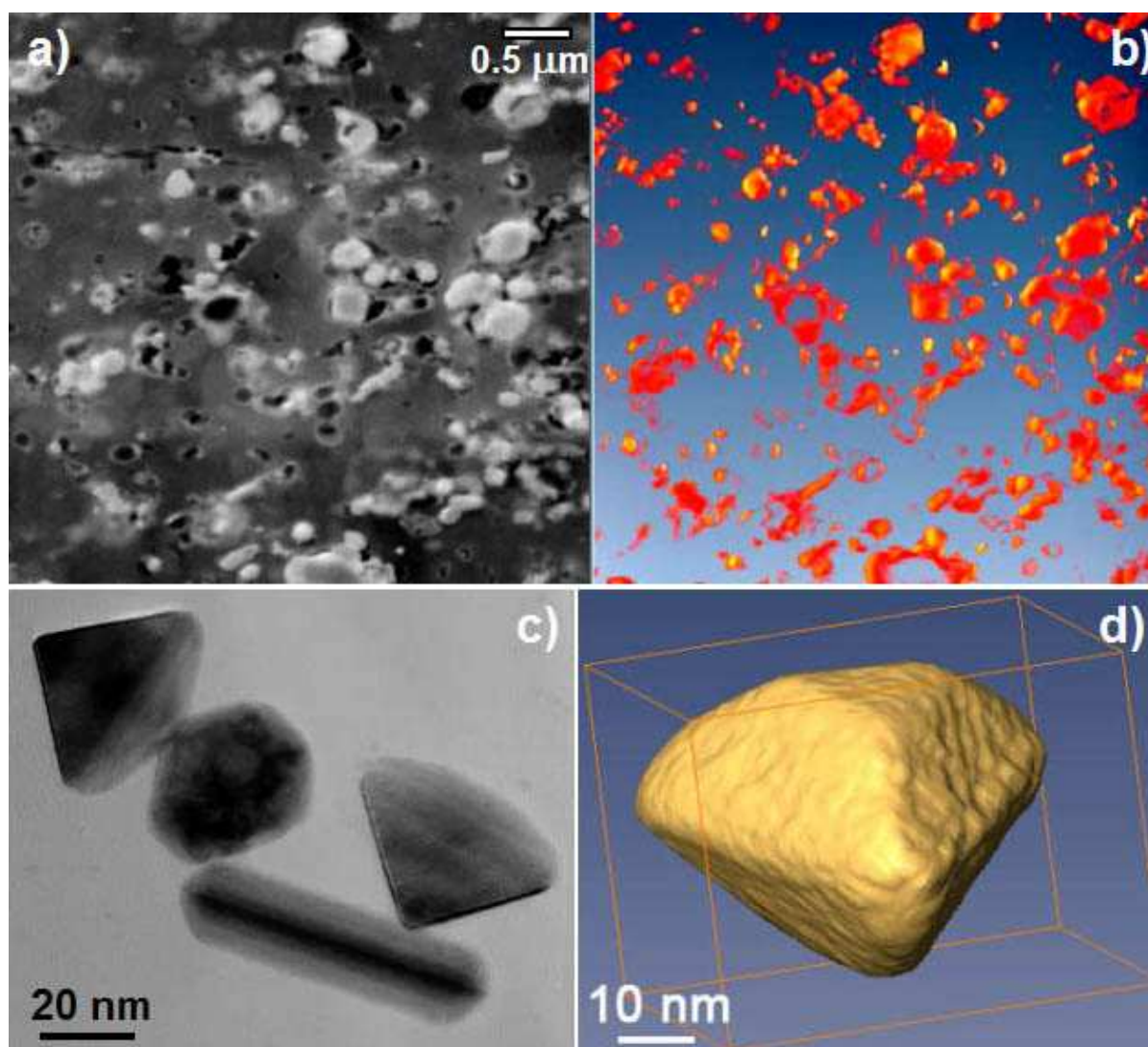


Figure 9 : Reconstructions 3D d'échantillons en 'tomographie' électronique.

a-b) : tomographie en MEB-STEM (ESEM XL30 du CLYM) d'une coupe à l'ultramicrotome d'un polymère PVC renforcé par différents types de charges (modifiants 'choc' et particules inorganiques de CaCO_3 et TiO_2 ; thèse P. Jornsano, MATEIS, INSA-Lyon, 2008). A gauche : micrographie en mode STEM montrant l'une des 135 projections acquises dans un domaine d'inclinaison de 135° ; à droite : re-projection du volume reconstruit dans la même orientation (après seuillage pour ne visualiser que les renforts nanométriques).

c-d) : étude morphologique de nanoparticules de palladium en MET (JEOL 2010 et 2010F du CLYM). A gauche : image conventionnelle montrant différentes formes des particules. A droite : rendu du volume d'une bipyramide (S. Benlekbir et al, *Phil. Mag. Letters*, 2009 ; collaboration MATEIS-IRCELYON).

La seconde thèse a porté sur la tomographie électronique en transmission. De plus en plus répandue grâce à la disponibilité de softwares et hardwares dédiés fournis par les constructeurs de microscope, cette technique a dû être implantée au laboratoire dans un contexte peu favorable : microscope équipé d'une pièce polaire haute résolution (JEOL 2010F du CLYM), donc à très faible 'gap' limitant considérablement les gammes d'inclinaison accessibles, aucun logiciel adapté pour piloter l'acquisition des images. Comme dans le premier travail en MEB, des développements informatiques et une adaptation (plus modeste) du système de porte-échantillon ont été réalisées. Un des premiers résultats a concerné la caractérisation tri-dimensionnelle de morphologies complexes de nanoparticules de palladium utilisées en catalyse, **cf. figure 9c-d**).

Durant ce travail de thèse, nous avons par ailleurs été les premiers en France à confronter la tomographie en MET et la sonde atomique tomographique sur le même objet (problématique de précipitation dans un alliage industriel ; collaboration avec F. Danoix, GPM-Rouen).

Enfin, la dernière approche possible par 'microscopie électronique' concerne les potentialités offertes par le FIB et la méthode d'abrasions séquentielles, qui constitue une approche tomographique au sens étymologique. Bien que n'ayant pas encore l'outil à disposition, nous avons pu tester cette démarche lors de nos démonstrations auprès des constructeurs (**cf. figure 10**). Les résultats sont plus que prometteurs et permettront des approches comparatives entre les techniques MEB (voire MET) et FIB.

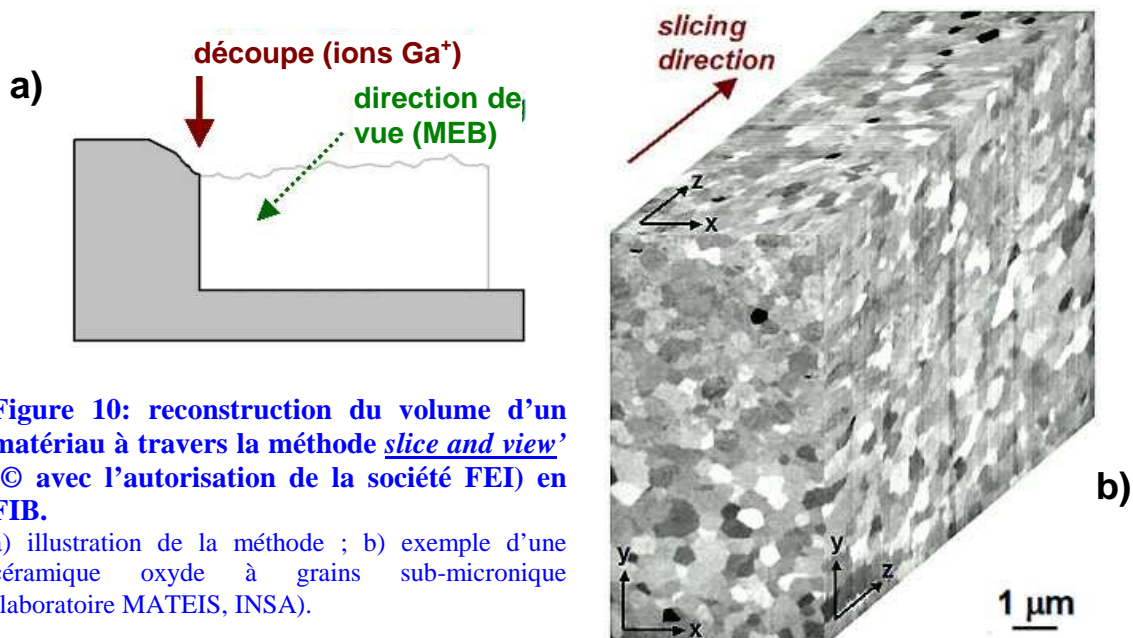


Figure 10: reconstruction du volume d'un matériau à travers la méthode *'slice and view'* (© avec l'autorisation de la société FEI) en FIB.

a) illustration de la méthode ; b) exemple d'une céramique oxyde à grains sub-micronique (laboratoire MATEIS, INSA).

Pour compléter ces approches 3D, il est pertinent d'évoquer également une utilisation élégante de la Microscopie à Force Atomique (moyen du Consortium "CLAMS" intégré au CLYM, et plus largement décrit aux §. 1.B.3.b et c), pour la caractérisation du relief de surface de zircon polycristalline lors de la transformation tétragonal-monoclinique (**cf. Figure 11**). Cette étude, qui a par ailleurs donné lieu à des observations en Microscopie à Balayage (fig. 11) et en MET Haute Résolution sur le microscope JEOL 2010F du CLYM (*M. Daraktchieva et al, 2007*), est un bel exemple de l'intérêt de disposer au sein d'une même plate-forme de différentes techniques d'imagerie en "microscopie".

Enfin en parallèle de ces approches strictement 3D, on peut illustrer les études concernant une classe particulière de nano-matériaux parfaitement appropriée à l'utilisation de moyens de microscopie électronique, notamment transmission : les systèmes catalytiques¹⁵.

¹⁵ L'acte catalytique (adsorption, activation/dissociation, diffusion, recombinaison) a lieu à la surface du catalyseur. Le site actif correspond alors à un atome ou à un ensemble d'atomes de cette surface. Dans un souci d'efficacité et d'économie d'atomes, les catalyseurs sont par essence composés d'entités de dimensions

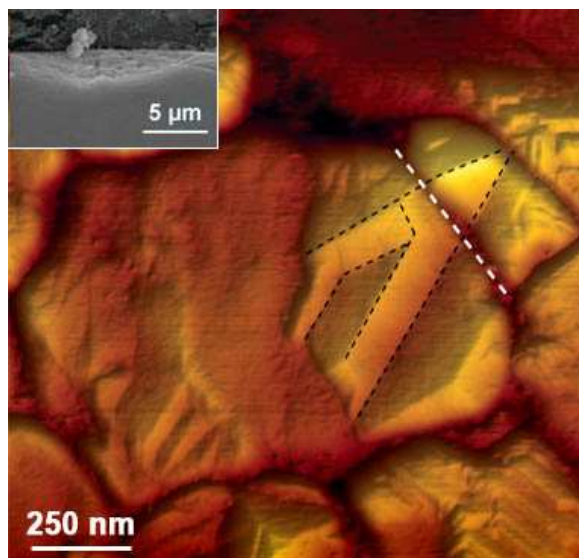


Figure 11 : topographie de surface d'une céramique polycristalline ZrO_2 après transformation martensitique tétragonale – monoclinique observée en AFM. En insert : suivi de l'amorçage par MEB sur section transverse (d'après J. Chevalier et al.; 2007, MATEIS)

Dans le cadre du CLYM, le laboratoire IRCELYON a balayé une large gamme de problématiques concernant l'étude des propriétés de catalyseurs à l'échelle sub-nanométrique. Parmi une cinquantaine de publications ayant, depuis 2007, mis en jeu la microscopie comme outil principal de contrôle, la grande majorité a utilisé le microscope 2010 installé à IRCELYON, et intégré au CLYM pour une (faible) part. Quelques études ont nécessité les performances plus pointues du MET JEOL 2010F, soit pour l'HAADF, l'imagerie très haute résolution ou l'analyse (EDX ou EELS) sub-nanométrique. Nous illustrons très brièvement ici celles ayant concernées la technique HAADF (figure 12), qui est celle mise en oeuvre en tomographie¹⁶.

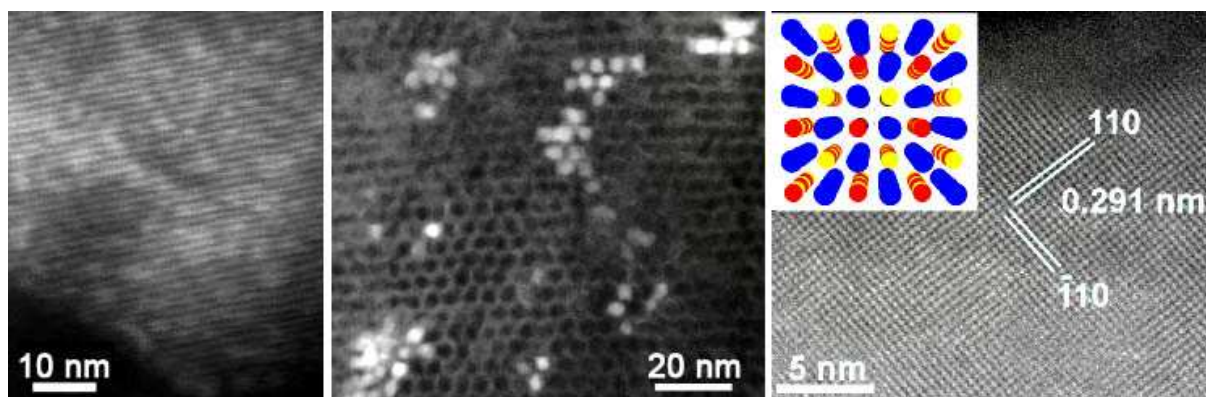


Figure 12 : images STEM-HAADF de catalyseurs avec résolution croissante.

De gauche à droite : précurseur NH_4ReO_4 (produit du Re en se décomposant), matrice silicique mésoporeuse MCM-41 dont le réseau poreux nanométrique (ici 3 nm) permet la formation de collections de particules homogènes (ici Ni) ; image à résolution atomique du lanthane dans le nouveau composé $LaOCl$ utilisé dans la catalyse d'hydrodechlorination (en insert, modèle atomique de la phase $CaOCl - La$ en rouge, O en bleu, Cl en jaune -) ; collaboration IRCELYON- MATEIS, publication commune soumise.

nanométriques souvent déposées sur un support. Du fait de cette géométrie, la MET est un outil incontournable pour l'étude des caractéristiques des catalyseurs : morphologie, structure, répartition spatiale, composition chimique, ...

¹⁶ HAADF (High Angle Annular Dark Field) : imagerie en champ sombre annulaire à grand angle consistant à récupérer l'intensité diffusée à grand angle par l'échantillon sous l'impact d'une sonde nanométrique ou sub-nanométrique en mode balayage dans le MET (mode STEM). S'agissant d'un mode d'imagerie incohérent, les images sont très largement insensibles aux effets d'orientation pour les objets cristallins (contraste de diffraction gênant, voire réhibitoire, pour la reconstruction 3D).



Publications sur le thème :

- C. Gauthier, P. Jornsano, K. Masenelli-Varlot, G. Thollet, "Montage pour effectuer de la tomographie électronique dans un microscope électronique à balayage et à pression contrôlée", brevet n° FR06-09-708 (dépôt officiel le 07/11/2006).
- E. Devers, C. Geantet, P. Afanasiev, M. Vrinat, M. Aouine, J.L. Zotin, "Bimetallic PtPd on zirconia catalysts for hydrotreating purposes", *Applied Catalysis, A: General*, **322**, (2007), 172-177.
- N. Nahas, P. Afanasiev, C. Geantet, M. Vrinat, F. Wiss, S. Dahar, "On the mechanism of zirconia textural stabilization by siliceous species during digestion under basic conditions", *Journal of Catalysis*, **247**, (2007), 51-60.
- M. Daraktchieva, R. Schaller, L. Gremillard, T. Epicier, J. Chevalier, G. Fantozzi, "How do the grains slide in fine-grained zirconia polycrystals at high temperature?", *Appl. Phys. Lett.* **91**, (2007), 121904
- J. Chevalier, L. Gremillard, S. Deville, "Low-Temperature Degradation of Zirconia and Implications for Biomedical Implants", *Annu. Rev. Mater. Res.*, **37**, (2007), 1-32
- O. Caty, E. Maire, R. Bouchet, "Fatigue of metal hollow spheres structures", *Adv Engineer. Mater.*, **10** (2008) p 179-184. DOI : 10.1002/adem.200700265
- S. Pessayre, C. Geantet, R. Bacaud, M. Vrinat, TS. N'guyen, Y. Soldo, J.L. Hazemann, M. Breyse, "Pt doped hydrotreating catalysts for deep hydrodesulfurization of diesel fuels", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **46**, (2007), 3877-3883.
- O. Caty, E. Maire, S. Youssef, R. Bouchet, "Modeling the properties of closed cell cellular materials from tomography images using finite shell elements", *Acta Materialia*, sous presse, <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2008.07.023>
- M. Loretz, R. Coquard, D. Baillis, E. Maire, "Metallic foams: Radiative properties/comparison between different models", *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, **109** (1), (2008), pp. 16-27
- M. Loretz, E. Maire, D. Baillis, "Analytical modelling of the radiative properties of metallic foams: Contribution of X-ray tomography", *Adv. Engineer. Materials*, **10**, **4**, (2008), 352-360
- P. Badel, E. Vidal-Sallé, E. Maire, P. Boisse, "Simulation and tomography analysis of textile composite reinforcement deformation at the mesoscopic scale", *Composites Science and Technology* **68** (2008), 2433-2440.
- P. Jornsano, G. Thollet, C. Gauthier, K. Masenelli-Varlot, "Three-dimensional imaging at the mesoscopic scale using STEM-in-SEM", p.337-338 dans 'Instrumentation and Methods', Vol. 1 (*Actes de EMC 2008*), éd. M. Luysberg, K. Tillmann, T. Weirich, Springer : Berlin, (2008).
- T. Epicier, S. Benlekbir, F. Danoix, "HAADF-TEM tomography of the precipitation state in an Al-Zn-Mg alloy", p.309-310 dans Instrumentation and Methods, Vol. 1 (*Actes de EMC 2008*), éd. M. Luysberg, K. Tillmann, T. Weirich, Springer : Berlin, (2008)
- S. Benlekbir, T. Epicier, M. Bausach, M. Aouine, G. Berhault, "STEM HAADF Electron Tomography of Palladium Nanoparticles with Complex Shapes", *Phil. Mag. Letters*, **89**, 2, (2009), 145-153 (*collaboration MATEIS - IRCELYON*).
- O. Caty, E. Maire, T. Douillard, P. Bertino, R. Dejaeger, R. Bouchet, "Experimental determination of the macroscopic fatigue properties of metal hollow sphere structures", *Materials Letters*, **63**, (13-14), (2009), 1131-1134.
- F. Hild, E. Maire, S. Roux, JF. Witz, "Three dimensional analysis of a compression test on stone wool", *Acta Materialia*, **57** (2009), 3310-3320.
- V. Dufaud, Lefebvre, N. Frederic, P. Gerald, M. Aouine, "New insights into the encapsulation and stabilization of heteropolyacids inside the pore walls of mesostructured silica materials", *Journal of Materials Chemistry*, **19**(8), (2009), 1142-1150.
- V. Shatokha, Y. Korobeynikov, E. Maire, J. Adrien, "Application of 3D X-ray tomography to the investigation of the structure of sintering mix granules", accepté pour publication dans *Ironmaking and Steelmaking: Processes, Products and Applications*
- A. Morales-Rodríguez, P. Reynaud, G. Fantozzi, J. Adrien, E. Maire, "Porosity analysis of long-fiber-reinforced ceramic matrix composites using X-ray tomography", *Scripta Materialia*, sous presse, doi:10.1016/j.scriptamat.2008.11.018



1.B.2.e. Verrou 5 : propriétés intrinsèques et collectives des nano-objets et assemblées denses de nano-objets

La compréhension des propriétés intrinsèques et collectives des nano-objets est devenu un thème universel dans les laboratoires de recherche partenaires s'intéressant à la physique ou la chimie des matériaux (LPMCN, INL, IRCELYON, LMI, CETHIL, LTDS, LPCML, MATEIS...).

En ce qui concerne les assemblées denses de nano-objets, thème notamment développé au LPMCN, l'arrivée du FIB devrait pouvoir servir à la manipulation de films minces d'agrégats supportés, ou la préparation de lames minces d'agrégats noyés en matrice.

Sur le plan de la caractérisation d'objets individuels, les microscopes TEM JEOL 2010F et TOPCON 002B (en partie mutualisé) ont été largement mis à profit durant la période évaluée pour étudier la structure d'agrégats de CoPt (de diamètre compris entre 1 et 5 nm) synthétisés par le LPMCN selon la méthode LECBD. L'étude a porté à la fois sur des particules triées en taille et non triées, recouvertes ou non d'une couche de carbone amorphe, et de différentes compositions. Il a ainsi été possible d'observer directement par MET haute résolution l'ordre chimique $L1_0$ de nanoparticules CoPt recuites, et notamment pour la première fois dans des agrégats de diamètre inférieur à 3 nm (cf. [figure 13a](#))¹⁷.

Dans un autre domaine, le LPMCN s'est intéressé au développement de nanosources de lumière à base d'oxydes complexes (oxydes de terres rares dopés, oxyde de zinc...), notamment en collaboration avec le LPCML¹⁸. L'imagerie en MET à haute résolution sur le MET du CLYM a permis de caractériser des particules cristallisées avec des tailles record de 1 nm ([figure 13b](#)).

De manière complémentaire, le même type de nano-particules d'oxydes de terre rare est développée au laboratoire LPCML en collaboration avec MATEIS pour des applications dans le domaine de la biologie et de la médecine ([figure 13b](#)) : on cherche à enrober ces particules de couches organiques afin d'utiliser de tels systèmes nano-hybrides dans des domaines allant de l'imagerie médicale à la thérapie des tumeurs cancéreuses (cette approche sera reprise à la section suivante consacrée au verrou 6)¹⁹.

¹⁷ L'ordre cristallographique $L1_0$ est une distorsion tétragonale de la maille fcc d'un alliage AB désordonné, où les plans de base sont alternativement de type A et B ; cette mise en ordre est identifiée par des ondes de surstructure permettant son identification en diffraction, ou, compte-tenu de la taille des agrégats, par imagerie Haute Résolution en MET. Les images haute résolution ont ensuite été comparées à des simulations numériques (méthode multislice, cf. [fig. 13a](#)), en vue de quantifier l'ordre chimique de nanoparticules individuelles. La structure des particules a par ailleurs été reliée à leurs propriétés magnétiques, déduites de mesures magnétiques (XMCD, magnétométrie SQUID) effectuées sur des échantillons similaires. La distribution de taille d'agrégats triés en masse, ainsi que la morphologie des dépôts et l'influence d'un recuit ont été étudiées en microscopie plus conventionnelle. Il a ainsi été observé que des agrégats de CoPt recouverts de carbone amorphe ne coalescaient pas lors d'un recuit de 2h à 650°C, qui permet de promouvoir l'ordre chimique $L1_0$.

La morphologie inédite obtenue lors d'un dépôt d'agrégats de Pt sur graphite HOPG a aussi été observée grâce à ce microscope : alors que des agrégats d'or se regroupent sur le substrat pour former de gros amas ramifiés, les particules de Pt forment des îlots sans contact entre particules voisines, menant ainsi à une auto-organisation avec un ordre hexagonal local. Des études complémentaires sur des alliages Co-Pt et Au-Pt ont récemment permis de mettre en évidence l'effet du Pt sur l'organisation des agrégats.

¹⁸ Ces matériaux étant caractérisés par une très forte ionicité de leur liaison chimique, une attention particulière a été portée sur les effets de la réduction de taille sur la morphologie et la structure cristalline en relation avec les propriétés de luminescence. Parmi les résultats obtenus, les deux plus marquants ont été la mise en évidence d'une transition de phase, de la structure cubique vers monoclinique ([fig. 13b](#)), dans les oxydes de terres rares, induite par la pression de Gibbs. Les observations en MET ont pu être corrélées à des calculs de simulation de structures ab initio qui ont montré que le comportement de nano-particules fortement ioniques est distinct de celui des films minces du même matériau : en particulier, le net réarrangement observé pour les films minces conduisant à un comportement covalent n'a pas été observé.

¹⁹ Il est cependant intéressant de noter que l'imagerie Haute Résolution sur le JEOL 2010F du CLYM a permis de montrer que les nano-particules de sesquioxyde de gadolinium Gd_2O_3 , avérées de structure monoclinique lorsqu'elles sont élaborées par voie physique (déposition LECBD) impliquant des effets de tension de surface solide-gaz (Nicolas et al., *J. Chem. Phys.*, 2006), restent cubique (groupe Ia3, cf. [fig. 13b](#)) après préparation par

L'intérêt de plusieurs entités affiliées au CLYM sur les particules luminescentes suscite par ailleurs un projet d'équipement en cathodoluminescence résolue spatialement et destiné à être monté dans un MET (en cours de montage, voir §. 2.B.1).

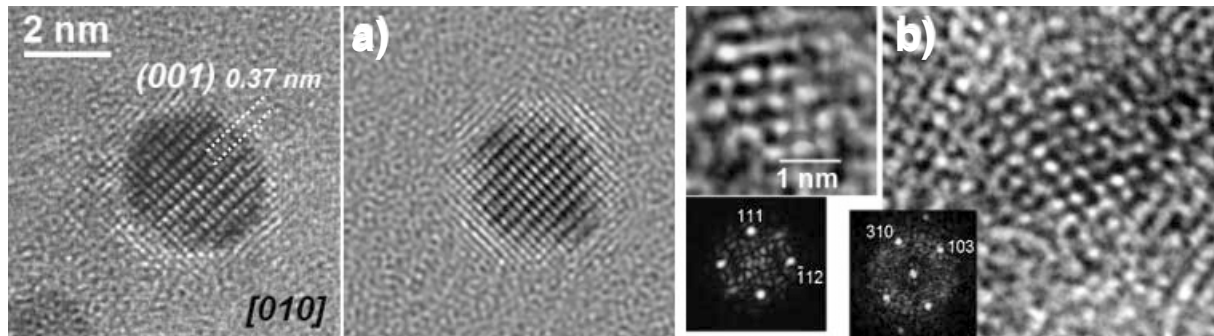


Figure 13 : imagerie à Haute Résolution de 'petites' nano-particules - NPs - (MET JEOL 2010F du CLYM) ; a) : NP ordonnée CoPt ordonnée $L1_0$ (supportée sur film de carbone) et image simulée correspondante (voir F. Tournus et al., *Phys. Rev. B*, 2008; *collaboration LPCMN – MATEIS*) b) : NPs de Gd_2O_3 : à gauche, monoclinique obtenue par LECBD (voir D. Nicolas et al., *J. Chem. Phys.*, 2006 ; *collaboration LPCMN – LPCML – MATEIS*) ; à droite, cubique obtenue par voie chimique (voir M. Ou et al., *J. Chem. Phys. C*, 2009 ; *collaboration MATEIS – LPCML*).

C'est également dans ce domaine touchant aux nano-technologies que l'on trouve l'intérêt de l'Institut des Nanotechnologies de Lyon pour le CLYM²⁰. La fabrication de nano-objets ou de systèmes très hétérogènes (que ce soit par croissance - nanofils, boîtes quantiques, hétérostructures 2D - ou par micro/nano-usinage) nécessite des études physicochimiques et structurales fines ainsi que des modélisations physicochimiques et/ou mécaniques pour comprendre leurs propriétés et à terme contrôler leur fabrication. Dans ce contexte, l'INL utilise notamment le TOPCON du LPCMN (observations de nano-particules de semi-conducteurs, e.g. SiC, applications de la diffraction en faisceau convergent). L'INL est par ailleurs un des moteurs de l'utilisation des équipements AFM de la plate-forme CLAMS (voir également le cas du CETHIL - §.1.B.3.b) -). Il participe donc au CLYM à ce titre, et un paragraphe spécifique sera consacrée à ces activités (§.1.B.3.c). Enfin, le laboratoire INL reste surtout mobilisé dans la perspective de l'arrivée du FIB qui suscite plusieurs propositions pour les prochaines années (voir partie 'Projet scientifique et perspectives', §.2.B).

Publications sur le thème :

Nicolas D., Masenelli B., Mélinon P., Bernstein E., Dujardin C., Ledoux G., Esnouf C., "Structural transition in rare earth oxide clusters", *J. Chem. Phys.* **125**, (2006), 171104 (*collaboration LPCMN – LPCML – MATEIS*).

Favre L., Dupuis V., Bernstein E., Melinon P., Perez A., Stanescu S., Epicier T., Simon J.-P., Babonneau D., Tonnerre J.M., Hodeau J.L., "Structural and magnetic properties of Co_xPt_{1-x} mixed clusters", *Physical Review B*, **74**, (2006), 014439 (*collaboration LPCMN – MATEIS*).

voie chimique faisant intervenir un solvant liquide diethylene glycol (Ou et al., *J. Phys. Chem. C*, 2009), et ce pour des raisons liées aux différences d'énergie d'interface solide-gaz et solide-liquide.

²⁰ Les activités de recherche concernant les approches "matériaux et technologie" de l'INL ont pour objectif majeur l'intégration monolithique sur silicium. La finalité est de développer de nouvelles filières de matériaux, avec des approches très novatrices, pour des applications à la microélectronique, l'optoélectronique, la photonique, le photovoltaïque et les micro-systèmes. En effet l'intégration sur silicium de semi-conducteurs III-V ou oxydes cristallins est un point clé du développement des systèmes micro et optoélectroniques. Elle doit permettre par exemple de dépasser les limites intrinsèques du système classique SiO_2/Si en proposant des solutions à base d'oxydes de forte constante diélectrique, d'ouvrir des voies nouvelles pour réaliser des systèmes optoélectroniques intégrés sur silicium, et plus généralement de réaliser des systèmes performants combinant des matériaux divers choisis uniquement pour leurs propriétés physiques sur un substrat "universel", le silicium.



- Moskovkin P., Pisov S., Hou M., Raufast C., Tournus F., Favre L., Dupuis V., "Model predictions and experimental characterization of Co-Pt alloy clusters", *Euro. Phys. J. D* **43**, (2007), 27.
- Masenelli B., Nicolas D., Mélinon P., "Is a highly ionic material still ionic as a nanoparticle?", *Small*, **8** (2008), 1233-1239.
- Tournus F., Blanc N., Tamion A., Ohresser P., Perez A., Dupuis V., "XMCD study of CoPt nanoparticles embedded in MgO and amorphous carbon matrices", *J. Electr. Spectr. and Rel. Phenom.* **166**, (2008), 84.
- Tournus F., Tamion A., Blanc N., Hannour A., Bardotti L., Prevel B., Ohresser P., Bonet E., Epicier T., Dupuis V., "Evidence of L10 chemical order in CoPt nanoclusters: Direct observation and magnetic signature", *Phys. Rev. B* **77**, (2008), 144411 (*collaboration LPCMN – MATEIS*).
- Tainoff D., Bardotti L., Tournus F., Guiraud G., Boisron O., Melinon P., "Self-organization of size-selected bare Pt nanoclusters: Toward ultra-dense catalytic systems", *J. Phys. Chem. C* **112**, (2008), 6842.
- Ou M., Mauchamp V., Mutelet B., Epicier T., Le Bossé J.C., Roux S., Tillement O., Perriat P., "delocalization of 4f electrons in Gadolinium oxide on the nanometre scale", *J. Phys. Chem. C*, **113**, 10, (2009), 4038-4041 (*collaboration MATEIS – LPCML*).
- R. Mahfouz, F.J. cadete Santo Aires, A. Brenier, B. Jacquier, J.C. Bertolini, "Synthesis and physico-chemical characteristics of nanosized particles produced by laser ablation of a nickel target in water", *Applied Surface Science*, **254**, (2008), 5181–5190.
- E. Roze, E. Quinet, V. Caps, D. Bianchi, "An experimental microkinetic approach of the surface reconstruction of gold particles during the adsorption of CO at 300 K on 1% Au/Al₂O₃", *Journal of Physical Chemistry C*, **113**, (2009), 8194-8200.

1.B.2.f. Verrou 6 : vectorisation active

La vectorisation active, ou dite "de troisième génération", consiste à piloter des vecteurs polymériques (capsules ou sphères) contenant le principe actif (agent de diagnostic ou de thérapie) vers la cible par le biais d'agents de ciblage. Parmi ces derniers on compte les particules magnétiques à fonctionnalités multiples, le cas échéant : agents de ciblage magnétique, marqueurs pour l'imagerie médicale, agents de thérapie par effet thermique induit... La vectorisation active repose donc sur le développement de tels systèmes particuliers organiques / inorganiques dont la taille tend vers l'échelle nanométrique. Les nanovecteurs pour le diagnostic ou la thérapie étant injectés au patient dans un sérum physiologique, il importe de contrôler leurs spécifications morphologiques, structurales et leur comportement collectif (dispersion ou agglomération) en suspension liquide, ce que permet par définition le mode WET-STEM.

Une illustration de cette stratégie d'étude a été proposée au paragraphe consacré aux observations en milieu humide dans l'ESEM du CLYM (§.1.B.2.a). Une goutte de la suspension injectable contenant les vecteurs est déposée sur une grille MET observée en 'STEM' dans le microscope MEB (électrons transmis collectés par un détecteur annulaire sous l'échantillon). Par purges contrôlées, l'épaisseur de la goutte de liquide est amincie jusqu'à visibilité des nanovecteurs avec une très bonne résolution (*voir figure 3b*).

Cette problématique a suscité d'autres travaux menés en collaboration entre le LPCML et MATEIS. Ils concernent la mise au point de nano-hybrides constitués essentiellement de cœurs d'oxydes de lanthanides enrobés de polysiloxane et fonctionnalisés par des molécules organiques. Les mesures MET (HAADF, EDX, imagerie filtrée, conduites ou prévues grâce aux instruments du CLYM), visent par des aller-retour incessants entre élaboration et observation, à dégager les mécanismes régissant les réactions sol/gel, et ainsi optimiser la synthèse pour élaborer les architectures les plus appropriées (et à chaque fois différentes) pour les applications visées : imagerie optique, imagerie par résonance magnétique, radio- et Curie-thérapie. L'imagerie en MET à Haute Résolution au CLYM a notamment déjà permis de nombreux résultats²¹, et de multiples projets sont en cours pour aller plus loin.

²¹ Il a notamment été prouvé que la méthode polyol conduit à des particules d'oxyde de terre rare cristallisées dans un système cubique (cf. *fig. 13b*). L'enrobage par une couche de polysiloxane a pu également être mis en évidence par imagerie MET au prix de certaines précautions expérimentales (transfert rapide de la solution au

1.B.3. Autres activités et projets de recherche

Il serait fastidieux d'énumérer ici l'ensemble des activités de recherche développées par des partenaires du CLYM grâce aux instruments mutualisés. Il est néanmoins utile d'insister sur certains projets et travaux, voire certaines structures, qui montrent l'intérêt de disposer d'outils de caractérisation performants, à vocation de gestion commune ou partiellement fédérée²².

1.B.3.a. Développements expérimentaux de "nano-manipulation" en MET (microscope TOPCON, LPMCN)

Le microscope TOPCON 002B installé au LPMCN fait l'objet d'une utilisation très poussée dans le cadre d'activités "nanomanipulation et mesures in-situ" au sein de ce laboratoire (cf. Figure 14).

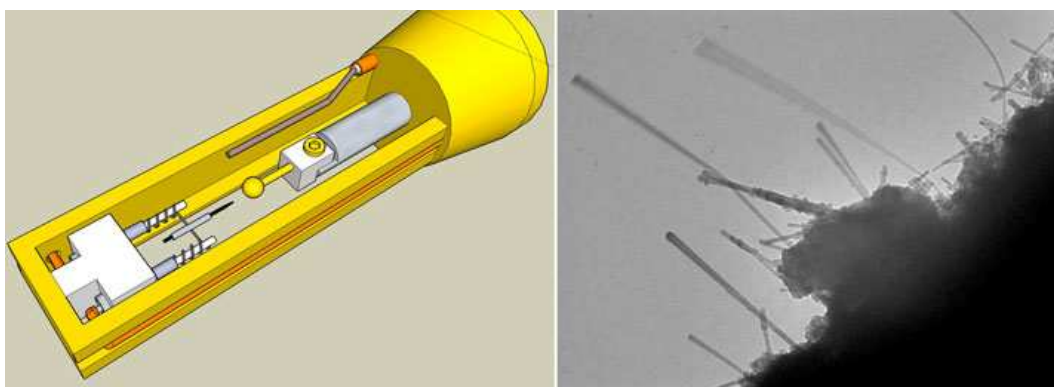


Figure 14 : développements expérimentaux de "nano-manipulation" sur le MET TOPCON (P. Poncharal, P. Vincent, S. Purcell, laboratoire LPMCN). A gauche : canne MET adaptée pour le microscope et permettant des mesures in situ sur les nano-objets (ici est représentée la configuration utilisée pour l'émission de champ). A droite : exemple de co-résonance in situ de deux nanotubes de carbone à 42.15 MHz.

Grâce à des travaux antérieurs, une 'canne' MET a été réalisée pour être la plus versatile possible, puisqu'elle possède un mouvement micrométrique permettant de déplacer l'échantillon, plusieurs entrées 'Haute Tension', la possibilité de chauffer l'échantillon à plusieurs centaines de degrés, un câble 50 Ohm pour acheminer des signaux Hautes Fréquences, deux fibres optiques pour amener ou récupérer un signal lumineux.

Le travail accompli porte principalement sur l'étude des propriétés mécaniques de nanotubes et nanofils ainsi que sur leurs propriétés d'émission de champ. Ces activités sont en réalité antérieures à la participation directe du LPMCN dans le CLYM au travers du microscope TOPCON. Elles sont très brièvement résumées ici²³, car elles servent de base à des perspectives futures (voir §.2.B).

microscope pour éviter la précipitation en hydroxyde quand ces solutions sont conservées en milieu organique). La MET corrobore ainsi des résultats obtenus en granulométrie (spectroscopie par corrélation de photons) ou en spectroscopie UV/visible, des résultats XPS et des mesures de relaxivité magnétique et permet de conclure sans ambiguïté sur les structures élaborées. Elle montre par exemple une perte de cristallinité et une diminution de taille avec le recouvrement par la silice, fortement dépendante des molécules surfactantes (les molécules de DTPA dégradant plus fortement la structure d'oxyde que le PEG). Enfin l'utilisation de la spectroscopie EELS a pu mettre en évidence un phénomène de surface très original, i.e. une délocalisation des électrons du métal gadolinium vers l'oxygène dans les particules de plus petite taille (M. Ou et al., *J. Chem. Phys. C*, 2009). D'autres types de résultats concernent l'analyse 3D de structures cœurs/écorce or/silice (destinées à incorporer des fluorophores dans la couche de silice - thèse de S/ BENLEKBIR, MATEIS, mars 2009 -), ou la vérification que des particules d'argent (anti-bactérien) peuvent être déposés de manière covalente sur des fibres de tissu.

²² Les projets engagés mais pour lesquels on ne dispose pas de retour à la date de rédaction de ce rapport seront repris dans la partie "Perspectives" (§.2.B.1).

²³ *Etudes mécaniques* : le principe repose sur l'excitation des fréquences de résonance des nanotubes ou nanofils par une source de voltage AC contrôlable. Le MET sert alors à détecter les résonances et l'on peut ainsi remonter

Publications sur le thème :

S. Perisanu, P. Vincent, A. Ayari, M. Choueib, D. Guillot, M. Bechelany, D. Cornu, P. Miele, S.T. Purcell, "Ultra high sensitive detection of mechanical resonances of nanowires by field emission microscopy", *Phys. Stat. Sol. (a)* **204**, No. 6, 1645–1652 (2007) ; *(collaboration LPMCEN – LMI)*.

P. Vincent, S. Perisanu, A. Ayari, M. Choueib, V. Gouttenoire, M. Bechelany, A. Brioude, D. Cornu, S.T. Purcell, "Driving self-sustained vibrations of nanowires with a constant electron beam", *Phys. Rev. B* **76**, (2007), 085435 ; *(collaboration LPMCEN – LMI)*.

S. Perisanu, V. Gouttenoire, P. Vincent, A. Ayari, M. Choueib, M. Bechelany, D. Cornu, S.T. Purcell, "Mechanical properties of SiC nanowires determined by scanning electron and field emission microscopies", *Phys. Rev. B* **77**, (2008), 165434 ; *(collaboration LPMCEN – LMI)*.

1.B.3.b. Développements en microscopie thermique à sonde locale (SThM)

Si des techniques permettent de simuler le comportement énergétique des nano-objets et des systèmes nanostructurés, le développement des nanotechnologies et de nouveaux matériaux n'en est pas moins tributaire d'avancées significatives dans le domaine de la métrologie aux échelles submicroniques. Afin de répondre à ce besoin en thermique, le CETHIL travaille depuis 2002 au développement de la microscopie thermique à sonde locale (SThM) au sein de la plate-forme "CLAMS" (Consortium de Laboratoires d'Analyses par Microscopies à Sondes locales, regroupant plusieurs laboratoires, dont l'INL, le CETHIL, MATEIS et le LPMCEN) intégrée au CLYM. Créée immédiatement après l'invention du microscope à effet tunnel, la technique SThM se veut combiner les potentialités d'analyse ultra localisée de la matière de la microscopie en champ proche et la métrologie de température et de propriétés thermophysiques par contact (**cf. Figure 15**).

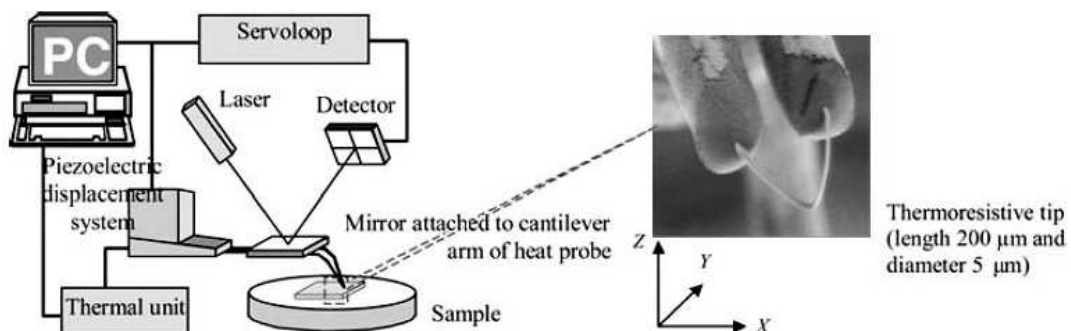


Figure 15 : configuration expérimentale de la SThM (à droite, pointe thermo-résistive vue au MEB ; B. Cretin et al., 2007, CETHIL).

De précédents travaux avaient permis de mettre au point un protocole d'étalonnage d'un banc de SThM équipé d'une sonde commerciale (microsonde filiforme) permettant notamment la mesure localisée de la conductivité thermique de matériaux isolants. Ce banc a ainsi été amélioré et utilisé pour l'analyse du comportement thermique de différents matériaux. On peut citer une étude de la conductivité thermique effective de matériaux nanoséquenceés PyC/SiC (*S. Gomes, S. Lefevre, 2009*), envisagés comme interphase pour consolider des composites thermostructuraux. Ce travail a permis de

au module de Young et au facteur de qualité des résonateurs. Au delà de cette technique de caractérisation mécanique, le phénomène de "tirage électrostatique" peut être appréhendé, l'application d'une tension DC entre le résonateur et son entourage provoquant une variation des fréquences de résonance (voir [S.T. Purcell et al., *Phys. Rev. Lett.*, **89** (2002), 276103]). Enfin les effets collectifs peuvent être étudiés (i.e. la possibilité de faire vibrer en phase plusieurs résonateurs). *Etudes en émission de champ et démodulation* : des tensions de plusieurs centaines de volt pouvant être appliquées sur l'échantillon, des expériences d'émission de champ sous MET peuvent être réalisées : l'expérience d'une 'nano-radio' avec un seul nanotube [K. Jensen et al., *Nanoletters*, **7**, (2007), 3508] a ainsi été reproduite (le nanotube se comporte comme un récepteur radio FM et AM, jouant le rôle d'antenne, de filtre, de démodulateur et d'amplificateur en configuration d'émission de champ). L'ensemble de ces études peuvent être enregistrés en vidéo (logiciel d'acquisition KeenView).



corrélent la conductance thermique aux différents phénomènes physiques opérant selon l'épaisseur des films²⁴.

Par ailleurs, une nouvelle description des échantillons sous forme de films minces sur substrat a été proposée, qui prend en compte une résistance d'interface dans le modèle de prédiction de la mesure avec la microsonde filiforme²⁵.

Publications sur le thème :

B. Cretin, S. Gomes, N. Trannoy, P. Vairac, "Scanning Thermal Microscopy", p. 181-238 (Chapitre) dans 'Microscale and Nanoscale Heat Transfer', *Topics in Applied Physics*, **107**, Springer, éd. S. Volz, (2007).

S. Gomes, L. David, V. Lysenko, A. Descamps, T. Nychporuk, M. Raynaud, "Application of scanning thermal microscopy for thermal conductivity measurements on meso-porous silicon thin films", *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP, **40**, 21, (2007) ; (collaboration CETHIL – INL).

S. Gomes, S. Lefevre, "Scanning thermal microscopy (STHM) - Advances of the technique for the characterization of the thermo-physical properties of solid materials", p.157-195 dans 'Advanced Techniques and Applications on Scanning Probe Microscopy', J.L. Bubendorff and F.H. Lei, (2009).

1.B.3.c. Développements des modes électriques en microscopie à sonde locale (AFM)

Au sein de cette même plate-forme "CLAMS", l'INL développe et travaille à l'optimisation depuis plusieurs années des modes de mesures électriques locales par microscopie à force atomique. Plusieurs directions de recherche sont suivies :

Méthodologie des mesures de capacité par AFM pour applications aux dopants, aux oxydes minces et aux nanostructures

Les mesures capacitives sur les structures MOS telles qu'elles sont opérées à l'échelle macroscopique ne sont pas transposables à l'échelle nanométrique à cause de la faible valeur de la capacité mise en jeu (quelques dizaines d'atofarad, 10^{-18} – 10^{-17} F au maximum). La technique actuellement utilisée pour faire des mesures capacitives à cette échelle est la *Scanning Capacitance Microscopy* (SCM, cf. **Figure 16a-b**), qui a montré son utilité pour réaliser des cartographies de dopants dans les semiconducteurs, particulièrement dans le silicium.²⁶

²⁴ Les résultats tendent à mettre en évidence l'existence d'un minimum de la conductance thermique du matériau nano-séquenté pour une épaisseur de films de PyC et de SiC comprise entre 24 et 100 nm. Pour les épaisseurs inférieures à ce minimum, l'augmentation de la conductance thermique du matériau avec l'amincissement des films de PyC et de SiC pourrait traduire un recouvrement des bandes d'énergie relatives aux matériaux en présence (comportement d'ailleurs prédit dans la littérature par des simulations en dynamique moléculaire dans des cas lorsque le transfert de chaleur est balistique). Au-delà de la valeur minimum d'épaisseur, la conductance de l'interphase augmente avec l'épaississement des couches. Le comportement thermique du matériau en fonction de l'épaisseur des films qui le composent s'apparente alors à celui d'un matériau multicouche micro-séquenté (travail en collaboration avec le LCTS et le Centre CEA du Ripault).

²⁵ Cette approche a notamment permis de déterminer la *conductivité thermique intrinsèque de films de silicium mésoporeux* (fabriqués par l'INL) ainsi que les valeurs des *résistances thermiques interfaciales* relatives à différents niveaux de porosité de ce matériau. Les résultats montrent que la résistance thermique interfaciale est d'autant plus élevée que la porosité croît : ceci signifie que l'effet résistif à l'interface est gouverné par le nombre et la taille des constriction à l'interface où sont localisées les connexions (continues) entre les cristallites de silicium composant le silicium mésoporeux et le substrat de silicium (*S. Gomes et al., 2007*).

²⁶ Le but est de parvenir à progresser dans l'interprétation, la fiabilité, la reproductibilité et la quantitatativité de ce type de technique, avec pour applications les cartographies de dopants 2D, la spectroscopie locale de nanostructures et la caractérisation des oxydes ultra-fins à l'échelle nanométrique. Les principaux paramètres qui nuisent à la reproductibilité ont été identifiés, une optimisation du rapport signal sur bruit a été opérée par minimisation de la capacité parasite et la maîtrise de la lumière parasite du laser de l'AFM (**fig. 16a-b**).

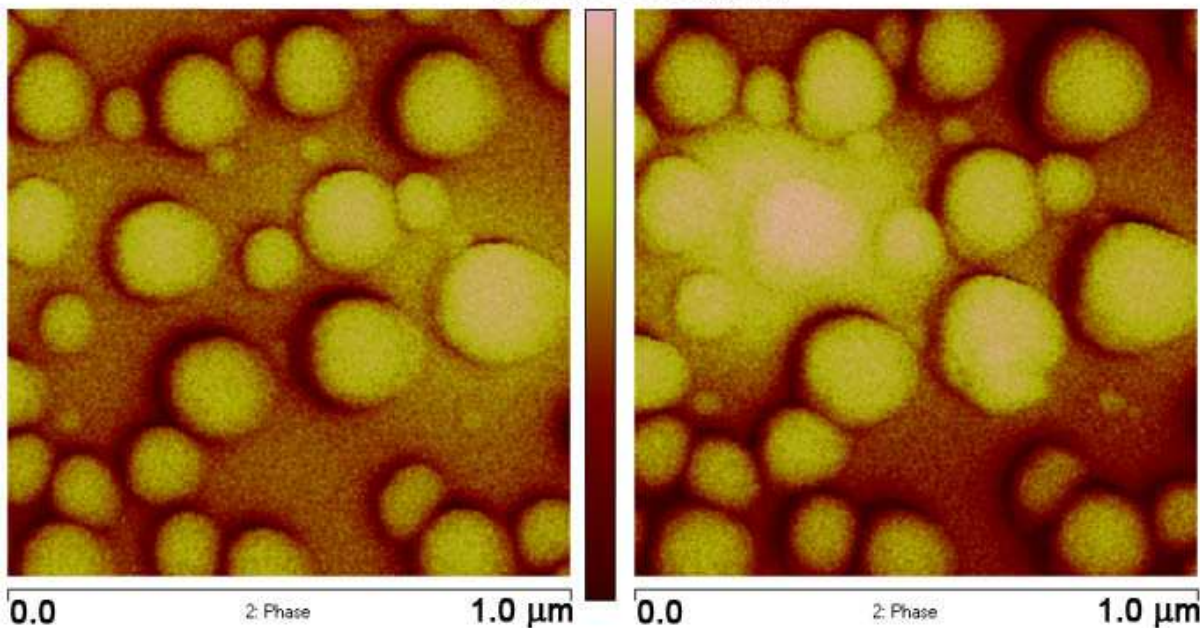
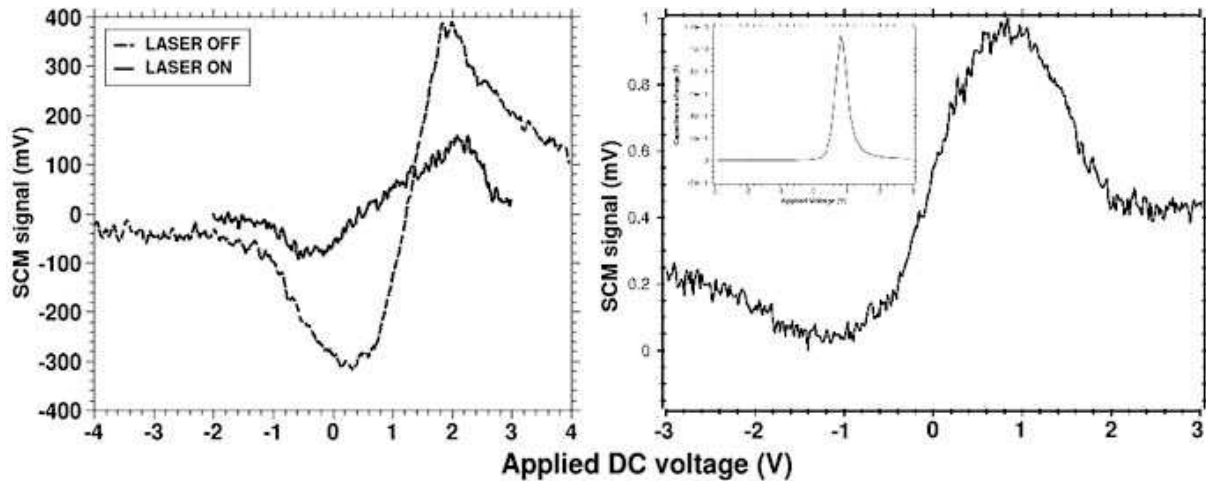


Figure 16 : a-b) : mesures capacitives en *Scanning Capacitance Microscopy* ; à gauche : mise en évidence de l'influence de la lumière laser sur le rapport signal sur bruit des courbes SCS ; à droite: comparaison entre une C-V macro dérivée (médaillon) et la courbe mesurée par SCS. c-d) : Mise en évidence par EFM du chargement d'un îlot de Ge isolé par un oxyde de SiO₂ de 5 nm sur Si ; à gauche : avant chargement, à droite : après chargement sous +7 V (résultats INL).

Mesures de courant local sur oxydes diélectriques et nanostructures

Cette activité vise à maîtriser de manière quantitative les mesures de courant à l'échelle nanométrique pour des applications liées à la caractérisation locale des oxydes à haute permittivité (LaAlO₃, SrTiO₃...) élaborés par l'INL ou obtenus par le biais de collaborations (CEA/LETI, Université de Rennes, de Limoges, de Montpellier, LMGP Grenoble...). Les thèmes d'application sont nombreux : étude de la dégradation, du claquage et du pré-claquage dans les oxydes très minces, nano-pompage de charge, mesures de courant sur des nanocristaux et couches minces ferroélectriques, mesures de courant sur couches de pentacène)...

Propriétés électroniques de nanostructures

L'étude des propriétés électroniques de nanostructures semiconductrices (boîtes quantiques, nanofils) est un enjeu très important pour en maîtriser les propriétés physiques afin de pouvoir les appliquer

Une comparaison a été menée avec les mesures macroscopiques et les éventuelles différences entre les techniques macroscopiques et nanométriques ont été analysées.



pour des dispositifs. L'INL a mis en œuvre différents modes électriques par AFM (*SCM*, *TUNA*, *EFM* - cf. **Figure 16c-d**) -, *KPFM*) pour caractériser et mesurer les effets électroniques induits par le chargement et la rétention de charges et le transport dans des nanostructures InAs/ InP ou /GaAs, InAs/Si et Ge/Si. Un résultat très original et très prometteur est l'amélioration du rapport signal/bruit obtenue en utilisant des pointes métalliques massives (en collaboration dans le cadre du Laboratoire International LIA ElyT Lyon –Université de Tohoku).

Publications sur le thème :

- D. Goghero, B. Gautier, A. Descamps, G. Bremond, M. Faucher, D. Mariolles, F. Bertin, "Comparison of SCM measurements in open and closed loop modes on highly doped silicon monolayers", *Solid State Electronics*, **50**, 9-10, (2006), 1479-1482.
- M. Hocevar, P. Regreny, A. Descamps, D. Albertini, G. Saint-Girons, A. Souifi, M. Gendry, G. Patriarche, "InAs nanocrystals on SiO₂ Si by molecular beam epitaxy for memory applications", *Applied Physics Letters* 91 (2007), 133114
- S. Descartes, M. Renouf, N. Fillot, B. Gautier, A. Descamps, Y. Berthier, P. Demanche, "A new mechanical-electrical approach of the wheel-rail contact", *Wear*, **265**, (2008), 1408 *(collaboration LaMCoS – INL)*.
- Y. Rozier, B. Gautier, G. Hyvert, A. Descamps, C. Plossu, F. Ducroquet, C. Dubourdiou, "Nanoscale leakage current measurements in MOCVD crystalline SrTiO₃ films", *Thin Solid Films*, **517**, 6, (2009), 1868-1873.
- O. Ligor, B. Gautier, A. Descamps-Mandine, D. Albertini, N. Baboux., L. Militaru, "Interpretation of Scanning Capacitance Microscopy for thin oxides characterization", à paraître dans *Thin Solid Films*, (2009).
- O. Ligor, B. Gautier, A. Descamps-Mandine, D. Albertini, L. Militaru, N. Baboux, "Nanoscale Characterization Of Ultra-Thin Dielectrics Using Scanning Capacitance Microscopy", AIP Proc. International Conference on the Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics, Albany (USA, NY), May, 11-14th, (2009).
- B. Vilquin, B. Gautier, A. Brugère, J.S. Moulet, "Scaling Effects on Ferro-Electrics: Application in Nanoelectronics and Characterization", AIP proc. International Conference on the Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics, Albany (USA, NY), May, 11-14th, (2009).

1.B.3.d. Plate-forme 'Centre Technologique des Microstructures' (CTμ)

Le "Centre Technologique des Microstructures" (CTμ), localisé à la Doua est une des toutes premières plateformes créées à Lyon puisqu'elle a été inaugurée en 1964. Dès son origine l'objectif de cette plate-forme a été de permettre aux chercheurs et aux industriels, l'accès aux technologies de pointes en microscopie électronique incluant la microscopie électronique à transmission, à balayage ainsi que les techniques d'analyses élémentaires telles que la microanalyse X et les techniques de froid associées (*voir ci-après*).

Le CTμ est donc une plate-forme d'imagerie électronique et photonique²⁷, qui est dédiée à l'observation et l'analyse de systèmes biologiques (biologie animale, végétale, cellulaire et tissulaire, infectiologie, ingénierie tissulaire...). Cette plate-forme assure plusieurs missions :

- observation des échantillons et également préparation, analyse d'images (logiciels spécifiques)
- développements méthodologiques, actions de valorisations (journées thématiques) et des formations régulières
- prestations en lien avec la filiale de valorisation de l'UCBL (EZUS).

²⁷ techniques offertes par la plate-forme : Microscopies électroniques (balayage et transmission), Microscopie confocale spectrale, Cryométhodes, Cryomicroscopies, Tomographie, Microanalyse X, Nanolithographie, Ombre rotatif, Ultramicrotomies, Immunomarquages, Hybridation in situ, Analyse d'images.



Le CT μ a été labellisé RIO en 2003 puis renouvelé en 2006, ce qui lui permet de faire partie des Infrastructures en Biologie Santé et Agronomie pré-labellisées IbiSA. Le rapprochement récent du CT μ et du centre d'imagerie photonique le plus important de Lyon (le PLATIM : PLATeau d'IMagerie de l'IFR128) a permis de créer une nouvelle plate-forme d'imagerie cellulaire : la Plate-forme d'Imagerie Intégrative (Pi²), qui a obtenu le soutien des équipes de recherche de Lyon les plus performantes en Biologie. L'objectif de cette union (qui entérine un rapprochement déjà initié depuis quelques années par des formations communes, et des échanges de personnel entre le PLATIM et le CT μ), permettra aux utilisateurs de cette nouvelle structure de bénéficier des expertises à la fois en microscopie confocale et microscopie électronique, et d'utiliser les innovations technologiques qui se développent dans le domaine de la microscopie intégrative et corrélative.

Une des spécificités du CT μ est de savoir traiter des études à l'interface avec la physique-chimie. Cette spécificité a été à l'origine de sa décision de devenir il y a 7 ans partenaire du CLYME (Consortium Lyonnais de Microscopie Electronique). L'évolution du CLYME en FED CLYM (Centre Lyonnais de Microscopie) n'a pas changé le principe de ce partenariat, qui se concrétise pour beaucoup par une utilisation du microscope à balayage environnemental (ESEM FEI XL30).

Par voie de réciprocité, Pi² offre aux autres partenaires du CLYM une passerelle vers des techniques et des compétences d'imagerie et de préparation de la matière organique pour la microscopie électronique. A titre d'exemple, de nombreuses préparations par ultra-microtomie sont depuis de nombreuses années sous-traitées au CT μ pour certains types de matériaux (par exemple, polymères). Un autre grand intérêt pour le CLYM concerne les cryométhodes disponibles à Pi², en particulier la congélation ultra-rapide de suspension et les observations d'échantillons et de coupes congelés en TEM (cryoTEM et CEMOVIS). Dans ce domaine, des besoins de modernisation de l'équipement utilisé sont possibles. De nouveaux équipements permettraient l'observation d'échantillons biologiques en conditions proches de leur état natif à l'échelle microstructurale : la cryoTEM de particules biologiques, et la cryo microscopie électronique de coupes d'échantillons congelés sont en effet des méthodes de choix pour explorer les relations structure/fonction dans le domaine des sciences du vivant. Cette approche est donc complémentaire avec les instruments environnementaux du CLYM (ESEM et projet 'METET').

1.B.3.d. Activité "EBSD"

L'EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*, cf. **Figure 17a**) est une technique propre à la Microscopie à balayage qui a déjà été évoquée dans ce rapport (**Fig. 5**). D'une part, elle équipera le *FIB* bientôt livré au CLYM (cf. §.1.B.1), et d'autre part, elle a été mise en œuvre dans le cadre du verrou 2 (§.1.B.2.b). Le CLYM compte en fait parmi ses membres le laboratoire PECM²⁸ de l'Ecole des Mines de Saint-Étienne, expert reconnu en EBSD haute résolution. Ce groupe a notamment développé des méthodes originales d'analyse quantitative des déformations par corrélation de clichés expérimentaux et simulés, et permettant d'atteindre des niveaux de déformation meilleurs que 10⁻⁴. Cette approche a été appliquée à des mesures de déformation in situ (cf. montage **Figure 17b-c**).

Parallèlement, l'EBSD reste utilisée comme une technique de routine en interne au laboratoire MATEIS dans diverses études sur la microstructure d'alliages après déformations. On reviendra sur les développements attendus en EBSD grâce à l'équipement *FIB* (§.2.B.1).

Publications sur le thème :

C. Maurice, R. Fortunier, "A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns", *Journal of Microscopy*, **230**, 3, (2008), 520–529.

M. Frégonèse, C. Olagnon, N. Godin, A. Hamel, T. Douillard, "Strain-hardening influence on iodine induced stress corrosion cracking of Zircaloy-4", *Journal of Nuclear Materials*, **373**, (2008), 59–70.

²⁸PECM (prochainement renommé laboratoire Claude Goux) est intégré au centre SMS (Sciences des Matériaux et des Structures) de l'EMSE, dont les thèmes de recherche concernent le *design* et l'allègement des structures pour le transport, la durabilité des matériaux et des structures pour les énergies non-productives de CO₂, les analyses multi-physiques locales pour les nanotechnologies.

S. Villert, C. Maurice, C. Wyon, R. Fortunier, "Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD", *Journal of Microscopy*, **233**, 2 (2009), 290–301.

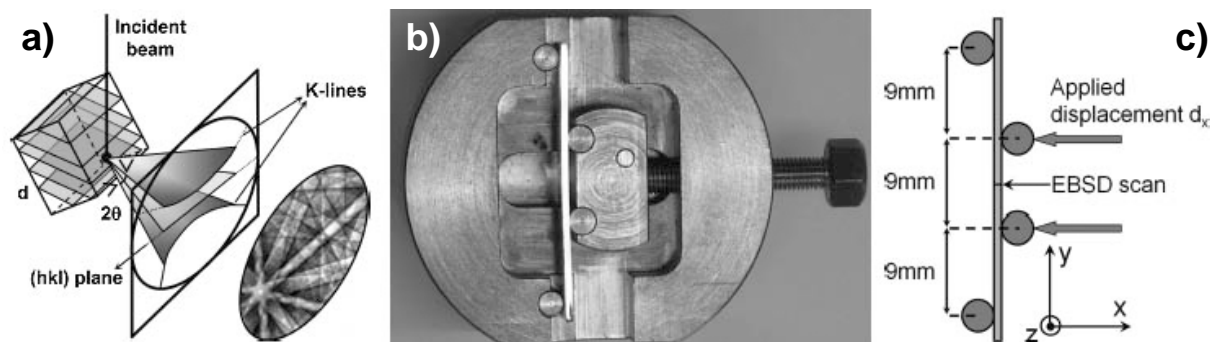


Figure 17 : développements expérimentaux en EBSD (laboratoire PECM, EMSE).

a) : principe des clichés EBSD en MEB ; b-c) : dispositif de flexion 4-points in situ compatible avec l'enregistrement de clichés EBSD (d'après C. Maurice et R. Fortunier, *J. of Microscopy* 2008, S. Villert et al., *J. of Microscopy*, 2009).

1.B.4. CLYM dans un contexte régional et national

1.B.4.a. CLYM en région

Une des missions du CLYM (§.1.A.1.b) est de "proposer un rôle d'acteur privilégié de la vie scientifique et professionnelle en région lyonnaise dans le domaine des matériaux en se positionnant aux interfaces des structures comme les fédérations de recherche, les clusters de recherche et les pôles de compétitivité". A cet effet, Le CLYM est largement intégré dans les opérations scientifiques locales ou régionales, en particulier :

La Fédération FR CNRS 2145 Rhône-Alpes des matériaux de Structure FédÉRAMS

L'Institut Carnot Ingénierie@Lyon (<http://www.instituts-carnot.eu/fr/node/40>), auquel nombre des partenaires du CLYM participent (LTDS, LaMCoS, IMP, INL, MATEIS, CETHIL, LMI)

La plate-forme de caractérisation 'Multi-D' du cluster régional MACODEV (<http://www.macodev.fr/>), qui soutient d'ailleurs régulièrement des projets d'équipements en matière de microscopie (électronique) associés au CLYM (ainsi, en 2008, le projet NANO-SOL, porté par MATEIS en lien avec LTDS, visant à financer l'achat d'un porte-objet de nano-indentation dans le MET JEOL 2010F)

L'Institut de Chimie de Lyon, Structure Fédérative CNRS FR n° 3023 (participation en tant qu'animation scientifique au Département 'Sciences Analytiques'²⁹, et au travers des laboratoires partenaires impliqués dans l'ICL : IRCELYON, LPMCL, LMI, IMP, MATEIS).

Grâce à certaines des activités de ses partenaires, le CLYM émerge également au projet de Collegium Ingénierie et Information C2I@L en cours de montage à Lyon. Celui-ci va réunir des laboratoires lyonnais de l'ex-institut InST2I, autour de thématiques à ce jour ciblées sur les axes de recherche suivants :

- Imagerie multidimensionnelle multiphysique multisupport (LIRIS³⁰, CREATIS³¹)
- Ingénierie des Systèmes multiéchelle multiphysique : Macro, Micro nano systèmes, capteurs et nanotechnologies (Guy Hollinger INL, LMFA³²)

²⁹ Notamment : présentation du CLYM à la journée inaugurale de l'ICL le 29 juin 2007, intervention à la rencontre ICL-IFP en 2008, participation aux Journées "ISA" (15-16 janvier 2009).

³⁰ Laboratoire d'InfoRmatique en Image et Systèmes d'information, umr CNRS 5205, INSA de Lyon / Université Claude Bernard Lyon 1 / Université Lumière Lyon 2 / Ecole Centrale de Lyon.

³¹ CREATIS-LRMN, umr CNRS 5220, INSERM U630, Université Lyon 1 / INSA Lyon.

³² Laboratoire de Mécanique des Fluides et d'Acoustique, umr CNRS 5509, Ecole Centrale de Lyon / INSA de Lyon / Université Claude Bernard Lyon 1.



- Energie : production, transport, distribution, stockage (CETHIL, AMPERE³³)
- Technologies de l'information : environnement intelligent, gestion de masse de données (CITI³⁴, INL)
- Ingénierie et vivant : (CREATIS, LTDS).

Comme le CTμ, le CLYM participe au travers de ses membres aux réflexions menées dans le cadre du réseau régional RéCaMIA : Réseau de Caractérisation par Microscopies et Analyses (<http://recamia.rhone-alpes.cnrs.fr/>), regroupant les laboratoires œuvrant en microscopie électronique, microanalyse et AFM dans la région Rhône-Alpes. Le CTμ est quant à lui également membre du RCCM : Réseau des Centres Communs de Microscopie reconnus par la MRCT du CNRS.

Enfin, le CLYM est également en contact régulier avec les acteurs du monde industriel, notamment les membres du pôle de compétitivité à vocation mondiale 'Chimie-Environnement' Axelera (relations et collaborations régulières des laboratoires partenaires avec l'IFP, Rhodia, Arkema notamment).

1.B.4.b. CLYM au niveau national

Au niveau national, le CLYM est une des 6 plate-formes régionales membres du réseau METSA : Microscopie Electronique en Transmission et Sonde Atomique, lancé fin 2008 par le CNRS et le CEA en lien avec le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (cf. Figure 18). Ce réseau offre une grande visibilité à l'ensemble des participants, et remplit un rôle essentiel : permettre à la communauté scientifique d'accéder aux instruments 'de pointe' en matière de caractérisation des matériaux par des moyens de microscopie électronique et sonde atomique.

A ce titre, le CLYM met à disposition partielle de la communauté nationale ses microscopes MET JEOL 2010F analytique, et MEB Environnemental ESEM FEI XL30. Dès que cet instrument sera opérationnel (autour de mi- fin 2010), il ouvrira également l'unité FIB ZEISS Nvision 40.

Sur l'année 2009³⁵, le CLYM a ainsi été sollicité pour un total d'une dizaine de jours d'expériences :

- 3 demandes relatives à la Microscopie Electronique en Transmission, concernant des études à mi-chemin des expérimentations de routine et des expérimentations requérant des outils avec correcteurs optiques (imagerie Haute Résolution et analyse EELS nanométrique associée, analyse EELS à froid, analyse STEM-HAADF nanométrique et MET Haute Résolution)
- 2 demandes relatives à la ME à Balayage Environnementale (observations d'objets biologiques en mode 'hydraté', chauffage in situ).

1.C. Fonctionnement et gouvernance

1.C.1. Statuts (organisation et gestion)

Lors de l'Assemblée Générale de l'ex-CLYME du 25/04/2007, une organisation opérationnelle en 'commissions' a été mise en place pour gérer les aspects "immobilier" (suivi par France Simonet, IRCELYON-Université, de l'opération 'CLEA' alors d'actualité - cf. §.2.A.2 -), "équipements" (mise en place des démonstrations et synthèse des cahiers des charges par Bertrand Van De Moortèle, LST-ENS Lyon) et "statuts" (pilotee par Thierry Epicier, MATEIS-INSA de Lyon).

³³ umr CNRS 5505, Ecole Centrale de Lyon / INSA de Lyon / Université Claude Bernard Lyon 1.

³⁴ Centre of Innovation in Telecommunications and Integration of services (INRIA), INSA Lyon.

³⁵ pour cette période, les Comités de Programme et de Coordination nationaux (incluant des experts français, les représentants des plate-formes et des organismes de tutelle) ont agréé environ 300 journées d'expériences sur l'ensemble des 6 plate-formes. La plus grande partie de ces demandes est évidemment orientée vers les METs 'de plus hautes performances' (équipés de correcteurs d'aberration, tel celui visé dans la seconde phase d'équipement par le projet CLYM-CPER : le METET).



Pour ce qui est de la mise en place du fonctionnement, les statuts du CLYM ont été calqués sur ceux du CLYME dans leurs grands principes. Les clauses les plus importantes sont résumés ici (les alinéas suivants correspondent à des articles rédigés de ces statuts).

Figure 18 : page d'accueil du site web du réseau METSA (www.metsa.cnrs.fr/).

1.C.1.a. Article 2.1. Conseil de Direction

Le CLYM fonctionne sur des principes fondateurs d'unités de recherche reconnues institutionnellement, qui s'associent sur la base du volontariat pour apporter une plus-value à leurs activités scientifiques et technologiques, en l'occurrence dans le domaine de la mise en œuvre de moyens de caractérisation de la matière par des approches d'imagerie et d'analyse de type "microscopie". Le CLYM est piloté par un Directeur assisté d'un Directeur Technique adjoint, et un Conseil de Direction inspiré des Structures Fédératives usuelles, et constitué ainsi de :

- un représentant du PRES Iyonnais
- les directeurs des laboratoires publics partenaires (*liste en annexe*) ou leurs délégué(e)s
- un représentant délégué de l'Equipe-Microscope (définie à l'article 2.3)
- un représentant de la Délégation Régionale du CNRS
- un représentant des partenaires privés
- le Directeur de la Fédération, qui dirige le Conseil
- le Directeur technique adjoint

Le Conseil de Direction statue sur tout aménagement des statuts et de leurs modalités d'application, sur toute évolution concernant le parc d'appareils géré par le CLYM, et veille à l'établissement du budget annuel et à son équilibre. Pour l'aider dans ses tâches, le Conseil a toute latitude pour mettre en place des groupes de travail opérationnels.



Il se réunit au moins une fois l'an en session ordinaire. Il peut se réunir en session extraordinaire à l'initiative des Directeurs de la structure, ou à la demande de la majorité des membres le composant. Chaque réunion devra être convoquée au moins 15 jours francs à l'avance. Toute décision stratégique fera l'objet d'un vote à la majorité des présents.

1.C.1.b. Article 2.2. Missions

La gestion des parts d'instruments versées au CLYM se décline en différentes missions applicables d'une manière égale à tous les appareils :

- assurer l'entretien des instruments en jouant le rôle d'interface avec les constructeurs ou fournisseurs assurant les contrats de maintenance, et gérer les plannings de réservation
- développer, dans le cadre d'une politique scientifique agréée par le Conseil de Direction du CLYM et en encourageant les liens avec des équipes de recherche des laboratoires partenaires, des expérimentations spécifiques visant à promouvoir des avancées méthodologiques ou théoriques
- organiser les formations des utilisateurs membres des laboratoires partenaires, afin de les rendre le plus autonome possible aux fins de réalisation de leurs propres expériences (notamment de routine), et les assister de manière ponctuelle
- prendre en charge, après concertation et aval du Conseil de Direction du CLYM, d'éventuelles expérimentations (i) internes : sollicitées par des partenaires non-autonomes, ou (ii) externes : notamment émanant de demandes agréées par le réseau national METSA (...) tant que le CLYM y adhèrera
- faire le bilan de l'utilisation des appareils
- établir la comptabilité des microscopes et suivre la gestion financière du CLYM, en accord avec les décisions du Conseil de Direction
- mettre en œuvre par tous les moyens habituels de diffusion de l'information (mails, courriers, serveur de documents) la meilleure communication entre les partenaires dans l'intérêt commun ; organiser notamment une Assemblée Générale (AG) des utilisateurs et une réunion du Comité de Direction annuelles (ou plus fréquentes si besoin). Lors de l'AG, un bilan technique de l'utilisation des appareils sera présenté par l'Equipe-Microscope (cf. article 2.3), et la gestion financière sera validée.

1.C.1.c. Article 2.3. Equipe-Microscope

Les missions définies à l'article 2.2, essentiellement les points 1) à 5), sont en grande partie assurées par une Equipe-Microscope, qui sera représentée par un délégué au Conseil de Direction. L'Equipe-Microscope est composée de membres permanents des laboratoires, chercheurs, enseignants-chercheurs, techniciens ou ingénieurs. Ces personnels sont mis à disposition par leurs laboratoires respectifs d'affectation au CLYM, à temps partiel pendant une durée hebdomadaire ou mensuelle négociée au sein de ces laboratoires en concertation avec le CLYM. Cette mise à disposition au CLYM, qui pourrait intervenir dans le calcul des parts 'CLYM' du laboratoire concerné, donne droit à des sessions réservées non-facturées, selon des règles de calculs décidées par le Conseil de Direction et modifiables à sa convenance, afin d'assurer la pérennité financière du CLYM. Les missions visées par l'article 2.2. seront réparties au mieux entre les membres de l'Equipe-Microscope dans le cadre de leur temps de mise à disposition au CLYM. La constitution de l'Equipe-Microscope sera arrêtée en délibération du Conseil de Direction du CLYM.

Remarque importante : de nombreux mouvements de personnels (nominations) étant prévus sur l'année 2009, les membres des 'Equipes-Microscopes' de l'ex-CLYME ont été tacitement reconduits dans la nouvelle formule durant une période transitoire. Les mouvements en question étant effectués à la date de rédaction de ce rapport, la composition de l'Equipe-Microscope sera arrêtée lors de la prochaine réunion délibérative du Conseil de Direction du CLYM (fin 2009 ou début 2010).



Composition de l'Equipe-Microscope au 02/10/2009 (environ 3 équivalents temps plein)³⁶ :

Annie Malchère, IE CNRS, MATEIS (au titre du JEOL 2010F et du XL30 FEI)
 Gilbert Thollet, IR CNRS, MATEIS (au titre du JEOL 2010F et du XL30 FEI)
 Sylvie Descartes, IR CNRS, LaMCoS (au titre du XL30 FEI)
 France Simonet, IR CNRS, IRCELYON (au titre du JEOL 2010F et du XL30 FEI)
 Béatrice Vacher, IE CNRS, LTDS (au titre du JEOL 2010F et du LEO912)
 Pierre Alcouffe, IR CNRS, IMP (au titre du XL30 FEI)
 Albert Perrat, IE, CTμ (au titre du XL30 FEI)
 Lucile Joly-Pottuz, MdeC, MATEIS (au titre du LEO912)
 Fabrice Dassenoy, MdeC, LTDS (au titre du LEO912)
 Jean-Michel Martin, professeur, LTDS (au titre du LEO912)
 Olivier Marty, MdeC, INL (au titre du TOPCON 002B)
 Florent Tournus, CR CNRS, LPMCEN (au titre du TOPCON 002B)
 Bertrand Van De Moortèle, IR CNRS, LST (au titre du JEOL 2010F)
 Jérôme Adrien, IR CNRS, MATEIS (au titre du tomographe X)
 Armel Descamps-Mandine, IE, 'CLAMS' (au titre des AFMs)
 Georges Brémond, DR CNRS, INL (au titre des AFMs 'CLAMS')
 Claude Esnouf, Professeur en retraite, MATEIS (au titre de formations pédagogiques)
 Thierry Epicier, DR CNRS, MATEIS (au titre du 2010F et pilotage du CLYM)

1.C.1.d. Article 2.4. Aspects budgétaires (hors personnels)

Le budget annuel global du CLYM, basé sur les dépenses liées à l'exploitation des instruments (contrats de maintenance et coûts de fonctionnement au prorata de leur versement au CLYM, tels que présenté **Tableau 4** pour l'année 2009) est équilibré comme suit :

- par l'apport de subventions diverses (dotation de la *FED*, apports liés au METSA)
- un tiers du solde est payé par les partenaires en cotisation annuelle, au prorata de leur taux de participation (voir **Tableau 5**), déterminé selon des règles de calculs établies par le Conseil de Direction³⁷.
- les deux tiers restants sont payés par les partenaires au prorata de l'utilisation réelle des instruments, sur la base de tarifs journaliers établis appareil par appareil selon des règles de calculs établies par le Conseil de Direction³⁸. Toute utilisation éventuelle par des laboratoires non-membres sera facturée à un tarif au moins 3 fois plus élevé que pour les partenaires du CLYM.

Le Conseil de Direction du CLYM, en liaison avec l'Equipe-Microscope, s'autorise toute initiative visant à minimiser le coût directement supporté par les membres de la Fédération, tout en préservant leur intérêt mutuel

Le budget de l'année 'n' est établi sur la base d'un prévisionnel à partir de l'année 'n-1', et un réajustement en fin d'année est effectué. La première année de facturation (i.e. 2009) donnera lieu au versement d'une avance prévisionnelle de la part de chaque partenaire.

L'ensemble des membres du CLYM s'engage à respecter les règles de facturation mises en vigueur, et ce dans l'esprit de pérenniser la situation financière de la Fédération.

³⁶ Il est très important de noter que cette liste mentionne les participants ès qualité sans préciser le temps qu'ils consacrent à cette tâche (aucun des personnels n'est 'officiellement' à plus de 40 % au CLYM).

³⁷ Le calcul des parts des partenaires à ce jour est fondée sur (i) une contribution financière constituée de la dotation CPER répartie équitablement entre les laboratoires universitaires, (ii) une contribution en matériel provenant des parts de chacun sur les instruments de l'ex-CLYME, et (iii) une équivalence des matériels apportés par les membres dans le nouveau périmètre du CLYM. Les chiffres portés ici sont calculés sur une assiette globale intégrant les coûts de fonctionnement du tableau 4, en vigueur jusqu'à l'arrêt de la gratuité du contrat d'entretien du FIB (négociée jusqu'à fin 2014).

³⁸ Sur le principe, ces coûts sont plus ou moins ajustés appareil par appareil sur la base du coût réel annuel lissé sur 150 journées de réservation possible par an.



<i>instruments</i>	total annuel CLYM* + infrastructures (k€ HT)
Ex-CLYME	
MET 2010 F	45.90
MEB ESEM XL30	36.46
EFTEM Leo912	5.73
LABOS	
<i>MET 2010</i>	0.78
<i>MET TOPCON</i>	7.70
<i>TOMOGRAPHIE X</i>	1.46
<i>AFMs</i>	12.98
<i>Préparations</i>	0.85
<i>Préparations</i>	0.28
TOTAL CLYM	112.14

Tableau 4 : Budget prévisionnel de l'année en cours 2009

*Les sommes portées dans ce tableau sont indicatives ; elles résultent des coûts : (i) de contrats d'entretien, (ii) de fonctionnement, (iii) de frais d'infrastructures forfaitaires. Elles ne tiennent pas compte : (i) de frais de gestion "établissement" (non appliquées au 01/01/2009), (ii) de provisions diverses (notamment amortissements), (iii) d'investissements possibles, (iv) de subventions (Ministère au titre de la FED, METSA,...), (v) - des coûts associés au futur FIB (frais d'installation temporaire, consommables, provision pour contrat de maintenance - a priori à compter de 2010 -)

Partenaires	période < 2014 (k€ HT)	% du partenaire
ALCAN	0.15	0.54%
CETHIL	1.69	6.19%
CTμ-UCB	1.88	6.92%
ENMSE (SMS)	1.72	6.33%
IMP	1.79	6.58%
INL (LPM)	2.06	7.56%
IRCELYON	2.22	8.16%
LaMCoS	1.84	6.76%
LMI	1.70	6.25%
LPCML	1.64	6.03%
LPMCN	2.94	10.78%
LST-ENS	1.70	6.25%
LTDS-ECL*	2.10	7.72%
MATEIS	3.89	14.27%
Sci. & Surf.	0.03	0.11%
SNR	0.03	0.11%

**Tableau 5 : quote-parts des
partenaires du CLYM**



1.C.2. Détail des budgets

Les budgets annuels de la période concernée par la présente évaluation sont reportés dans le **Tableau 6** suivant.

Remarque importante : la gestion de l'ex-CLYME consistait en une gestion anticipée de l'année n+1, notamment du point de vue financier (avance sur consommation). L'année 2007 avait donc été "gérée" en 2006 : de ce fait, la subvention FED annuelle (33 k€ TTC) de 2007 apparaît en report sur l'année 2008, qui a donné lieu au solde des comptes du CLYME. L'année 2009 sera soldée début 2010.

2008	
	Dépenses
coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	121 297.9 €
achat caméra numérique	33 450 €
TOTAL DEPENSES	154 747.9 €
Recettes	
solde 2007 (UB900 / DBM + subvention FED 2007 = 33 k€ TTC)	34 459.9 €
cotisations annuelles des laboratoires partenaires	42 973.4 €
locations des instruments	71 610.3 €
soutien FED 4092 (Ministère)	27 592 €
TOTAL RECETTES	176 635.6 €
<i>SOLDE = provision pour projet NANO-SOL (20 k€ votés pour opération en 2009)</i>	21 888 €

2009	
	Dépenses
coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	112 140.0 €
achat microscope FIB (CPER)	1 223 000 €
projet MET NANO-SOL (en cours de négociation)	120 000 €
logiciel SiteLock (Oxford Instr.)	3 000 €
frais annexes (missions, réserve pannes)	5 000.0 €
TOTAL DEPENSES	1 463 140.0 €
Recettes	
solde 2008 (provision NANO-SOL)	21 887.7 €
cotisations annuelles des laboratoires partenaires	25 516.0 €
locations des instruments	51 032.0 €
financement METSA	8 000.0 €
soutien FED 4092 (Ministère)	27 592 €
contribution spéciale de laboratoires (MATEIS - LTDS) pour NANO-SOL	48 192 €
subvention Région Rhône-Alpes (cluster de recherche MACODEV) pour NANO-SOL	58 528 €
subvention CPER 1 (Etat)	418 060 €
subvention CPER 2 (Région)	804 426 €
TOTAL RECETTES	1 463 234.3 €
<i>SOLDE (estimatif)</i>	94 €

Tableau 6 : Budgets FED CLYM de 2007 à 2009

2. Projet scientifique et perspectives 2010-2014

2.A. Réalisation du projet CPER

2.A.1. Equipement METET

2.A.1.a. Profil de l'instrument

Le second équipement prévu dans le projet CLYM inscrit au CPER 2007-2013 est un microscope électronique en transmission qui réunit les 2 modes "environnemental" et "tomographique", dans la mesure où les caractéristiques techniques récentes le permettent (notamment l'espace entre les pièces polaires de l'objectif et l'étage objectif de la colonne en pompage différentiel). Rappelons que ce profil a été défini au vu des verrous scientifiques identifiés par les laboratoires partenaires en 2006 (en particulier [verrous 1 et 4](#)). L'adjonction d'un dispositif optique de correction d'aberration de sphéricité sur la lentille-objectif (correcteur de C_s), également rendue possible ces toutes dernières années par les développements technologiques des constructeurs (notamment pour le modèle illustré par la [Figure 19](#)), offre la possibilité de maintenir une résolution sub-nanométrique avec des pièces polaires à large 'gap', imposées par le cahier des charges 'environnemental' et 'tomographique'.

Le **METET**, pour **M**icroscope **E**lectronique en **T**ransmission **E**nvironnemental et 'Tomographique', a donc une double-fonction :

d'une part, il s'agit d'un microscope en transmission dédié à la tomographie. Ceci requiert de respecter deux contraintes essentielles :

- la tomographie, ou analyse 3D dans le MET ne peut se concevoir qu'à partir de l'enregistrement de séries d'images projetés sous différents angles de vue, donc dans un large intervalle d'inclinaisons de l'objet ($120-140^\circ$) : ceci impose une lentille-objectif avec beaucoup d'espace libre (large *gap*), donc une tension d'accélération élevée (300 kV) pour un bon compromis volume de travail – résolution.

S'agissant de nombreuses applications sur des objets cristallins, il convient d'enregistrer des images dont le contraste ne dépend pas de l'orientation de l'objet sous le faisceau électronique : la technique d'imagerie en Champ Sombre Annulaire à Grand Angle (**HAADF**, pour **H**igh **A**nge **A**nnular **D**ark **F**ield), la plus efficace en ce sens, est ainsi requise (accessoire de balayage **STEM** : *Scanning Transmission Electron Microscopy*, et détecteur de champ sombre annulaire). Le corollaire est qu'il convient de disposer d'une taille de sonde sub-nanométrique et intense pour permettre un compromis résolution – rapport signal-sur-bruit acceptable, ce qui de fait impose la technologie de l'émission de champ (**FEG** : *Field-Emission Gun*).



Figure 19 : vue générale d'un microscope en transmission environnemental

(modèle TITAN™ ETEM, instrument FEI, un des fournisseurs potentiels <http://www.fei.com/products/families/titan-family.aspx>)



- D'autre part, il s'agit d'un microscope possédant une cellule environnementale au niveau de l'étage 'lentille-objectif' dans la colonne. Par cellule environnementale est entendu ici un espace d'environnement de l'échantillon susceptible d'être maintenue dans des conditions de pression, température et atmosphère (nature de gaz) contrôlées en cours d'observations, et ce afin de permettre une imagerie *in situ* ou *in operando* en résolution sub-nanométrique (0.2 nm, voire moins). Le cahier des charges liées à ces conditions environnementales découle des applications multiples qui sont visées par les laboratoires partenaires, en particulier dans les domaines liés à la réactivité des surfaces (catalyse notamment) :

- . un pompage différentiel au niveau de la pièce polaire doit permettre l'utilisation de pressions de l'ordre de 20-50 mbar tout en gardant un vide poussé (UHV) au niveau du canon (les pressions partielles indiquées sont tout à fait compatibles avec celles utilisées dans les tests catalytiques de laboratoire, où les gaz réactifs sont souvent dilués dans un gaz vecteur neutre).
- . le domaine de températures envisagé (jusqu'à 700°C) doit permettre l'étude d'une large gamme de réactions d'hydrogénation et d'oxydation (totales ou partielles).
- . les contraintes précédentes impliquent une compatibilité de la cellule environnementale avec l'utilisation de différents gaz (H₂, O₂, H₂O, hydrocarbures, gaz neutres).

La conjonction de ces 2 spécificités : tomographie et cellule environnementale, dans un instrument unique trace la voie d'une ère nouvelle concernant la dynamique de réaction à l'échelle nanométrique et en 3D, désormais accessible par cette nouvelle gamme de microscopes.

De surcroît, la toute dernière génération de microscopes commerciaux offre des performances incontournables pour les observations à haute résolution de matériaux "mous" (i.e. polymères, matière biologique, largement impliqués dans les recherches lyonnaises - cf. §.1.B.2 -), en alliant 'correction de C_s' (C_s : coefficient d'aberration de sphéricité, la principale limitation optique à la résolution du MET) et 'basse tension' dans un microscope à transmission (40 kV, voire moins). Ces options, qui n'étaient pas disponibles commercialement au moment du dépôt initial de notre projet, *doivent* être intégrées de fait à notre cahier des charges pour le METET.

2.A.1.b. Montage financier et échéancier

L'actualisation du dossier d'équipement du projet CPER-CLYM transmis en décembre 2008 à l'Assemblée Régionale, la DRRT et le Grand Lyon (www.grandlyon.com/) a conduit au planning du **Tableau 7**, ré-actualisé après le bouclage de l'opération *FIB*. La commande est volontairement prévue en fin de CPER (au plus tôt fin 2012), car il est exclu d'envisager une installation provisoire³⁹ : le METET devra donc être livré directement dans les futurs locaux du CLYM (voir §.2.1.2).

Global CPER : 3 762 541 € HT	Engagés 2008-2009	2010	2011	2012	2013
Etat (DRRT)	418 060				
Etat (Organisme recherche)					
Etat CNRS (équipement)			668 896	418 060	
Région Rhône-Alpes	804 426*		616 978**		
Conseil général					
Ville/Commune		836 120			
Achat FIB 2009	1 222 486		Disponible pour METET en 2012	2 540 055	

*initialement prévu 881 940 € ; **initialement prévu 539 465 €

Tableau 7 : Programmation du projet METET (CPER-CLYM)

³⁹ Contrairement à l'unité FIB, qui sera installée provisoirement dans les locaux de l'INSA fin 2009, et sera déménagé ultérieurement (opération intégrée dans le marché public passé avec le fournisseur).

2.A.2. Localisation – bâtiment "CLYM"

L'ambition du projet CLYM et la logique de mutualiser des instruments impose de planifier un emplacement spécifique ; d'ailleurs, le METET à lui seul requiert une salle avec des normes environnementales rigoureuses qui n'est à ce jour pas disponible en local. L'opération CLYM-CPER intégrait donc à la base l'implantation de l'ensemble des 'microscopes' listés au paragraphe 1.A.3⁴⁰ dans un bâtiment adapté. Le retard pris par l'opération ISA (Institut des Sciences Analytiques), programmé sur le CPER précédent, a permis de penser que le CLYM pouvait rejoindre le site prévu pour cet Institut, la CLEA : Cité Lyonnaise de l'Environnement et de l'Analyse⁴¹ (en proche périphérie du Campus universitaire de la Lyon, renommé Lyon Tech dans le programme "plan campus" lyonnais). Tablant sur une surface nécessaire d'environ 600 m² pour le CLYM (voir [figure 20](#)), une dotation de 500 k€ TTC de l'Etat a ainsi été alloué dans le CPER 2007-2013 pour couvrir les adaptations de locaux spécifiques à l'accueil de microscopes électroniques.

Malgré un degré d'avancement très important du projet CLEA, nous avons dû renoncer fin mai 2009 à l'implantation du CLYM sur ce site pour des raisons techniques⁴². La question d'un nouveau site d'implantation s'est réglée à la rentrée 2009-2010 : les établissements UCBL, INSA et CPE ont récemment agréé le principe d'un bâtiment destiné à abriter un projet "LyonTech Matériaux" dans le cadre de l'opération Lyon cité Campus, à l'interface entre Chimie et Ingénierie. Ce bâtiment regroupera diverses entités, dont une partie de laboratoires affiliés à l'INSA et l'UCBL, et le CLYM dans une prévision de l'ordre de 600 m² en surface⁴³. Il jouxtera le bâtiment 'campus' de la plateforme AXELOne, l'un des principaux outils des axes "procédés" et "matériaux" du pôle AXELERA.

2.B. Actions scientifiques

2.B.1. Projets engagés par les laboratoires et participation du CLYM

Le bilan des activités réalisées sur la période 2007-2009 par les partenaires ayant utilisé les moyens du CLYM a été présenté dans la partie 1 de ce rapport. Il en ressort que les verrous identifiés sont toujours d'actualité, et ce d'autant plus que les 2 nouveaux instruments inscrits au CPER n'ont pas pu être utilisés puisque non installés. Ainsi, les laboratoires maintiennent leurs projets, les complètent et dans la plupart des cas les renforcent. Nous énumérons ici les grandes lignes de ces perspectives.

2.B.1.a. Microscopie 'à balayage' Environnementale

Les acquis et l'expérience accumulés en MEB environnementale appellent des prolongements pour un grand nombre de laboratoires partenaires.

⁴⁰ Hormis le microscope 'EFTEM' LEO912, qui reste dans les locaux à l'ECL pour raisons de commodités d'utilisation par le LTDS, qui rachète 50 % des parts de l'instrument.

⁴¹ La CLEA concerne le terrain hébergeant depuis 2008 le Centre européen de RMN à haut champ (CRMN), et qui accueillera autour de fin 2012 l'ISA (comprenant le Laboratoire des Sciences Analytiques de l'UCBL, umr 5180, le Service Central d'Analyse du CNRS, usr59 et une composante du CEMAGREF de Lyon) et la totalité de l'antenne lyonnaise du CEMAGREF.

⁴² L'environnement électro-magnétique du site s'est révélé, après expertise, incompatible de manière rédhibitoire avec l'utilisation nominale des microscopes (METET en premier lieu, mais également tous les instruments, et a fortiori ceux qui, plus développés au plan technologique donc encore plus contraignants en termes de spécifications d'installation, viendront remplacer les unités existantes dans les prochaines décennies).

⁴³ L'opération immobilière "CLYM" consiste en la réalisation de 2 types de locaux d'approximativement égale surface, et possiblement sur 2 niveaux : (1) locaux destinés aux équipements, dont les contraintes techniques imposent un très faible niveau en termes de vibrations mécaniques et de signaux magnétiques de basse fréquence ; (2) locaux destinés aux 3 catégories de personnels présents au CLYM : (i) membres de "l'équipe-microscope", (ii) utilisateurs des laboratoires partenaires (de passage), (iii) visiteurs extérieurs, post-docs ou personnels permanents d'EPSTs ou d'entreprises privées. Sont également prévus des salles de dépouillement informatique, de réunion et de préparation d'échantillons.

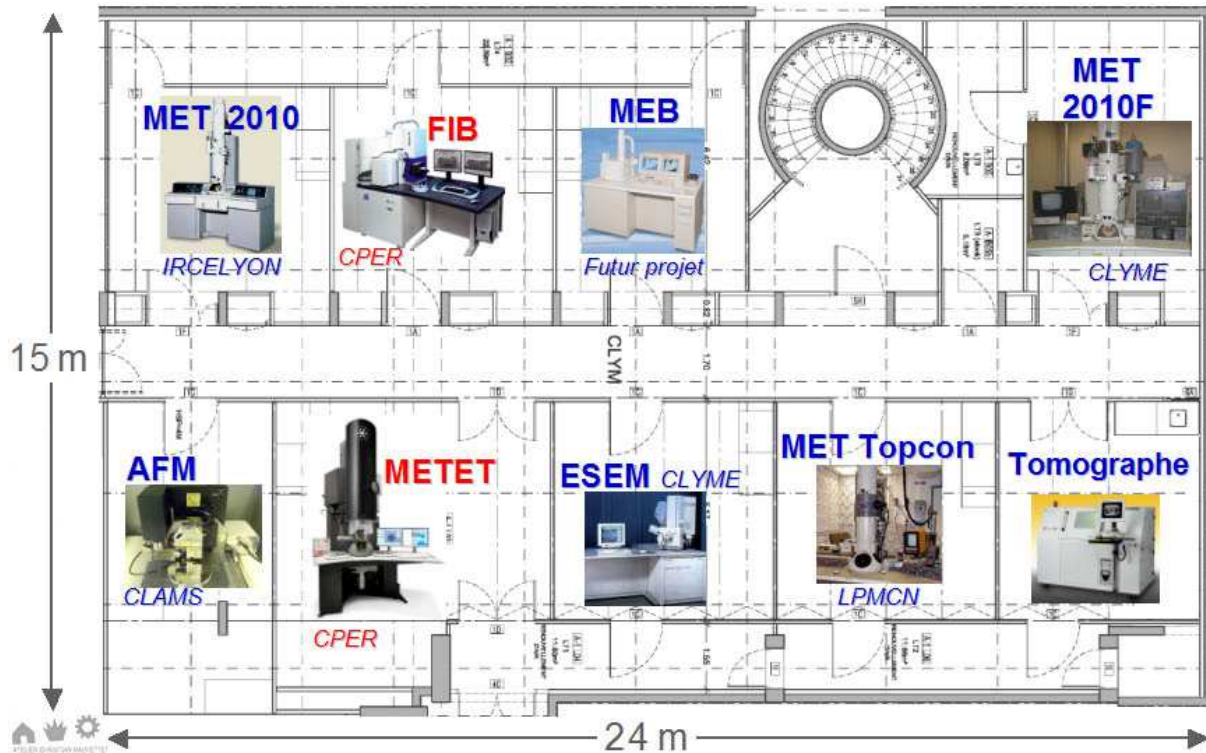


Figure 20 : organisation de principe des microscopes du CLYM (implantation en sous-sol ou rez-de-chaussée adapté ; d'après les plans du cabinet *Hauvette*, phase pro CLEA). Noter qu'un local est disponible pour une nouvelle machine (notée ici MEB).

Parmi les perspectives d'IRCELYON, de nouvelles thématiques s'ouvrent sur la photo-catalyse et la bactériologie dans le domaine de la dépollution de l'air. Quel que soit le procédé utilisé, pas ou peu d'études concernent les mécanismes de dégradation de ces micro-organismes, et encore moins la visualisation de leur dégradation par microscopie électronique. A travers ce projet, il est proposé de suivre par microscopie électronique la dégradation d'une bactérie modèle, en présence de matériaux contenant des nanoparticules de catalyseur soumis ou non aux UV. Ces études seront réalisées par microscopie électronique à transmission, microscopie électronique à balayage avec porte-objet STEM et wet-STEM en utilisant la microscopie électronique à balayage environnementale.

Pour le LaMCoS, les premiers résultats sur l'étude quantitative des 3^{èmes} corps complexes {fluide + particules d'usure} dans un contact ont été plus que prometteurs (cf. Fig. 3c). Toutefois, en mode balayage 'classique', seules les particules affleurantes sont visibles et les agencements particules/particules et particules/fluide dans le volume de la mixture ne sont pas aisément caractérisés (même si une partie des particules sont observées au sein de la mixture lubrifiante, il est malheureusement difficile de conclure quant à l'organisation des additifs et des particules d'usure dans le mélange). Il est donc prévu d'effectuer des investigations plus systématiques en mode transmission à balayage en wet-STEM sur l'ESEM FEI XL30 du CLYM.

La microscopie environnementale en mode transmission dans l'ESEM est aussi un très grand atout pour développer la thématique de recherche centrée sur l'optimisation de particules pour le diagnostic médical et la thérapie (sujet porté par le LPCML et MATEIS – cf. Verrou 6, §.1.B.2.f). Cette activité interagit d'ailleurs avec les prérogatives de l'Institut de Chimie de Lyon au travers de la plate-forme "Nano-Hybride" pilotée par le LPCML. Ainsi la microscopie électronique est un outil expérimental de premier plan, qui aide à élaborer de nouvelles architectures pertinentes et comprendre certains mécanismes thérapeutiques (interaction cellule/particule). Ce dernier aspect est une des perspectives mise en œuvre dès 2009 : au travers d'une thèse financée par la Région Rhône-Alpes, il est prévu d'étudier de manière approfondie l'internalisation de nanoparticules dans des cellules (murines et



humaines). Une caractérisation précise de leur internalisation (l'idée est d'identifier les compartiments cellulaires dans lesquels migrent les particules) est en effet indispensable si on souhaite s'orienter vers les applications du marquage cellulaire au diagnostic et à la thérapie. Cela suppose d'utiliser le mode transmission du microscope environnemental ESEM, méthode prometteuse pour à la fois éviter la destruction de la cellule et gagner en contraste pour ainsi réussir l'identification des particules et de la structure cellulaire. Ce travail sera également conduit en collaboration avec le CIS (Centre Ingénierie et Santé) de l'ENMSE (impliqué dans une fédération *Comportement et Ingénierie des Matériaux Réactifs et Vivants*, en cours de structuration à St-Etienne).

Des perspectives d'études en mode environnemental sont également proposées par l'INL *mais en microscopie à force atomique*.

La possibilité de pouvoir réaliser des modifications chimiques in-situ sur des échantillons en observant en temps réel avec des appareillages en mode environnemental est une direction dans laquelle l'INL se propose de contribuer fortement. Par exemple, des besoins existent pour des études (i) de déformation de membranes ultrafines par oxydation de Si poreux, (ii) de la croissance de fils quantiques en utilisant un microscope, (iii) de la fonctionnalisation de pointes AFM par des nanoparticules par voie électrochimique. Les possibilités techniques actuelles permettent d'envisager cette approche de mesure et modification locale des surfaces sous environnement spécifique avec des techniques de microscopie à force atomique. Ceci permettrait, de plus, d'améliorer fortement les possibilités de mesures électriques par AFM. Dans ce cadre une demande d'achat d'AFM sous environnement pour caractériser les surfaces semi-conductrices (ou d'autres) pourrait être envisager avec l'appui fort de l'INL (voir §.2.B.2.e).

2.B.1.b. Utilisation du 'FIB'

L'arrivée imminente du *FIB* va permettre de mettre en œuvre les projets en gestation depuis de longs mois.

Le **LST** entend renforcer sa présence dans le **CLYM** pour l'utilisation du *FIB* dans de nombreux secteurs qui vont apporter leur quota de nouvelles demandes :

- Etude des transformations de phases dans le manteau supérieur : l'usinage et l'instrumentation ('gravage' d'électrodes, thermocouples et senseurs) des diamants utilisés pour les expériences de haute pression et haute température devrait permettre une plus grande maîtrise des paramètres physiques lors de ces expériences.
- Formation et Evolution des planètes : la préparation des lames minces pour MET a toujours été un problème pour l'étude de ces échantillons précieux (météorites martiennes) en raison du côté aléatoire de la préparation classique. Le *FIB* devrait permettre d'extraire des lames minces dans les zones d'intérêts et en perdant très peu de matière. C'est aussi vrai des expériences de très hautes pressions (10-200 GPa) sur des objets de faible taille (50x10x10 microns typiquement).
- Etude des relations microstructures, élasticité et déformation des minéraux des zones de subduction (à l'origine des tremblements de Terre) en couplant les différentes techniques qui sont ou seront offertes prochainement au **CLYM** : MET, MEB, ESEM, EBSD, *FIB*-3D. A terme, est visée une caractérisation 3D des effets de la déformation en presse multi-enclumes sur synchrotron en couplant le *FIB* et les mesures d'orientations cristallographiques (EBSD-3D).

Le dernier sujet met en lumière les approches '3D' permises par l'équipement *FIB* retenu (cf. §.1.B.1), notamment en EBSD. Ce thème sera notamment traité grâce au partenariat du constructeur qui finance une thèse 'CLYM' à Lyon (mécénat de Doctorat des Entreprises, démarrage prévu début 2010), visant à développer l'utilisation de l'outil *FIB*, en particulier dans des applications 3D, EBSD, usinages spécifiques (par exemple, diamants comme évoqué ci-dessus pour le LST), ect...



Pour les aspects EBSD, la compétence de l'équipe stéphanoise de l'École des Mines devrait permettre de développer des activités très complémentaires entre les 2 sites⁴⁴.

L'INL s'investira également sur les techniques d'analyse par faisceau ionique de type *FIB*, pour son utilisation standard en usinage pour la préparation de lames minces pour la MET, l'affinage de pointes AFM pour améliorer la résolution latérale, ou l'élaboration de pointes avec des fonctions nouvelles. En explorant de nouvelles possibilités concernant des approches en nanotechnologie, notamment sur la nanostucturation des matériaux semiconducteurs, ces activités feront progresser l'utilisation des technique *FIB* au sein de la fédération CLYM.

Le *FIB* est évidemment un outil à fort potentiel d'applications dans le domaine de la tribologie. L'usinage ionique sera à nouveau d'un apport précieux, et même indispensable pour préparer les objets destinés à être étudiés par indentation in situ dans le MET. Une thèse vient en effet d'être lancée en 2009 au laboratoire MATEIS. Ce travail met en jeu un équipement prévu pour fin 2009 dans le cadre d'un projet 'NANO-SOL' partiellement financé par la région Rhône-Alpes (cluster de recherches Macodev), le CLYM (voir **Tableau 6**) et les laboratoires MATEIS et LTDS. Il s'agit d'un porte-objet de nano-indentation dans le microscope JEOL 2010F, avec 2 étapes complémentaires à moyen terme : (i) réaliser des expériences de frottement in situ (tribométrie sous MET, dans le cadre d'un projet européen développé au LTDS), (ii) suivre les modifications structurales et chimiques lors du frottement en TEM environnemental dans le futur METET. Dans l'ensemble de ces activités, les possibilités de la spectroscopie de pertes d'énergie EELS (etou EFTEM) seront mis à profit de la même manière que cela a été mis en oeuvre pour l'étude des revêtements DLC décrite par la **figure 6**.

2.B.1.c. Microscopie en Transmission : préparer l'environnemental...

Le dernier thème évoqué au paragraphe précédent 2.B.1.b (indentation in situ dans le MET) constitue une transition naturelle vers les activités plus spécifiquement orientées Microscopie en Transmission.

A l'évidence, les études sur les nano-objets peuvent encore largement tirer profit des instruments existants que sont le TOPCON 002B et le JEOL 2010F.

Sur le TOPCON, un développement d'une 'canne' de nano-manipulation encore plus performante que celle existante (fig. 13) est en cours de développement au LPMCN, qui permettra l'utilisation des pièces polaires 'haute résolution' de cet instrument pour une meilleure observation des nanotubes ou nanofils. La possibilité de chauffer des objets nanométriques dans ce microscope est également une des projets.

Ces perspectives rejoignent celles de l'INL qui compte augmenter ces efforts dans l'utilisation des appareils du CLYM dans différents secteurs :

- Caractérisation fine, en haute résolution et en 3D des nano-matériaux et nano-structures (en semiconducteurs III-V ou oxydes cristallins). Des analyses structurales fines (RX, XPD, MET, voire sonde tomographique) permettront de caractériser les propriétés cristallographiques et chimiques des hétéro-interfaces semi-conducteurs/oxydes et l'état de contrainte des nano-objets (nanofils, boîtes quantiques) intégrés sur silicium. Le but est d'obtenir des informations les plus résolues possibles sur les défauts structuraux, sur les états de contrainte et de déformation dans les zones très hétérogènes, sur les propriétés chimiques des nouveaux matériaux fabriqués au laboratoire. En complément des moyens de microscopie électronique, une demande d'achat de STM sous ultra-vide pour imager les surfaces semiconductrices (mais d'autres aussi) pourrait être envisagée avec l'appui de l'INL.

⁴⁴ Par ailleurs, un équipement MEB 'de laboratoire', en cours d'achat à MATEIS d'ici fin 2009, devrait inclure un accessoire EBSD, qui pourrait éventuellement être partiellement ouvert au CLYM, notamment pour des mesures préparatoires à l'utilisation de l'EBS-3D sur le *FIB*.



- Analyse de propriétés électroniques spécifiques pour l'étude de leur fonctionnalité. Le développement de modes spécifiques d'analyse, par exemple des propriétés électriques locales par microscopie à force atomique auquel contribue fortement l'INL, permet d'obtenir des propriétés électroniques pertinentes en vue de l'application de ces nouveaux matériaux. Par exemple, l'imagerie de charges électriques ou des chemins de conduction à l'échelle nanométrique est un point clé du développement applicatif des boîtes ou nanofils quantiques. Ces approches d'analyse électriques peuvent être étendues largement à d'autres problématiques de matériaux très hétérogènes.

Plus spécifiquement dans les nano-matériaux, les nano-particules sont très directement concernées par des caractérisations structurales avancées.

C'est le cas des agrégats métalliques ou bi-métalliques synthétisés au **LPMCN** (§.1.B.2.e). Concernant l'auto-organisation d'agrégats sur graphite, les études se poursuivent pour bien comprendre les mécanismes physiques sous-jacents : en particulier des études préliminaires montrent que la pression de dépôt joue un rôle, ainsi que la taille des particules. Des dépôts sur nanotubes de carbone (produits au LPMCN) sont également envisagés, pour étudier l'effet de la courbure du substrat sur la diffusion des particules et sur les morphologies obtenues. L'utilisation d'un champ magnétique lors du dépôt pourra constituer un autre moyen d'influer sur la morphologie de dépôts 2D d'agrégats magnétiques. Concernant les particules CoPt, le travail portant sur la quantification du paramètre d'ordre $L1_0$ de nanoparticules individuelles (cf. **fig. 13a**) va se poursuivre. La méthode originale développée ces dernières années (basée sur l'utilisation d'images en METHR - thèse de N. Blanc, LPMCN-MATEIS, en cours -) sera ainsi mise en oeuvre sur quelques particules, et comparée à d'autres méthodes de quantification. De plus, une méthode rapide de quantification automatique de la composition individuelle d'une collection de particules est en cours de développement par l'imagerie *HAADF* (champ sombre annulaire à grand angle, disponible sur le MET 2010F du CLYM). Cette thématique, qui a déjà donné lieu à des expériences préliminaires au laboratoire **MATEIS** se poursuivra en lien avec l'université de Tohoku au Japon, dans le cadre du laboratoire international franco-japonais Lyon – Sendai-Tohoku (ElyT : <http://www.elyt-lab.com/>).

Le domaine des nano-particules est également concerné par un projet déposé en 2009 par le **LPMCN** devant la région pour un soutien de financement par le cluster de recherches Macodev d'un équipement de cathodo-luminescence en MET. Nous avons vu au §.1.B.2.e (verrou 5) que l'apport du CLYM à l'étude des nanoparticules d'oxydes complexes luminescents s'est révélé très fructueux. Pour amplifier cette étude, il est envisagé de sonder la présence et la nature des défauts ponctuels en relation avec leur signature de luminescence aux interfaces entre nanoparticules d'oxydes et sous différentes atmosphères. Les nanoparticules luminescentes sont actuellement développées comme sonde de luminescence (traceur biologique...) en partie pour leur innocuité pour l'homme et l'environnement mais aussi, sous forme de films minces poreux (mousses) comme systèmes pour la catalyse, capteurs de gaz (CO, CO₂) ou de stockage de gaz (en particulier H₂) en raison de leur importante surface. Les défauts structuraux nanométriques présents en surface et aux interfaces (joints de grains, macles, dislocations, lacunes d'oxygène...) dans ces matériaux nanostructurés sont le lieu privilégié de leur interaction avec l'environnement (gazeux en particulier). Cependant, la compréhension de cette interaction reste lacunaire. Pour progresser, le LPMCN pilote donc un projet relayé par divers laboratoires déjà impliqués sur le sujet (**LPCML**, **MATEIS**, **INL**). Dans un premier temps, il est prévu de monter le dispositif de cathodo-luminescence demandé sur le MET TOPCON de la plateforme CLYM, pour identifier la nature des défauts cristallins et corrélés leur position aux interfaces dans les échantillons et leur signal de luminescence⁴⁵. Une fois la maîtrise expérimentale acquise, il est

⁴⁵ à notre connaissance, il n'existe qu'une dizaine de tels dispositifs en activité dans le monde. En particulier, un tel système a très récemment été monté et testé sur un MET à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne avec grand succès (cf. <http://cime.epfl.ch/page35469.html>). Par ailleurs, le montage sur le microscope TOPCON pourra bénéficier de l'expérience acquise par le laboratoire **LPMCN** dans le domaine de la nano-manipulation (§.1.B.3.a). Le groupe concerné projette également de développer des mesures optiques grâce aux fibres optiques



envisagé de transférer le système sur le MET environnemental (METET) du CLYM. Ceci permettra d'analyser de manière simultanée la cristallographie et la luminescence intrinsèque des défauts, mais surtout l'évolution de celle-ci sous atmosphère réactive gazeuse, avec l'ambition d'étudier des nano-sondes hybrides en milieu biologique. Aucun dispositif n'existe à l'heure actuelle en fonctionnement environnemental tel que prévu dans ce projet.

La MET environnementale est évidemment au coeur des perspectives d'études des catalyseurs et phénomènes catalytiques (laboratoire **IRCELYON** notamment - verrou 4 -). La compréhension de leurs propriétés gagnera en pertinence si l'on peut effectuer *in situ* (c.a.d dans des conditions dynamiques de température, de pression et d'environnement) et en 3D (vocation 'tomographie' du METET) des observations directes de l'évolution microstructurale (morphologie, structure, composition chimique) des matériaux.

La tomographie électronique reste par ailleurs un champ d'études actif : dans la continuité des résultats obtenus tant en MEB qu'en MET (cf. **Fig. 9**), une nouvelle thèse démarre au laboratoire **MATEIS** pour établir plus de corrélations entre les différentes échelles couvertes par les techniques 3D disponibles au CLYM : Microscopie électronique, mais aussi *FIB* (cf. **Fig. 10**) et tomographie X (**Fig. 8**).

D'autres domaines que les catalyseurs sont également concernés par la MET environnementale : par exemple, les hydrogels étudiés par l'**IMP** (pour améliorer la compréhension de la formation de ces hydrogels, cf. **Fig. 3a**), les nano-hybrides (**MATEIS-LPCML**), ou les matériaux étudiés en tribologie (perspectives **LTDS** d'une tribologie in situ en MET environnementale, déjà évoquée au paragraphe précédent).

2.B.2. En soutien des projets : une dynamique d'équipements

Le paragraphe 2.B.1 a montré comment le CLYM relaie ou suscite des projets scientifiques en lien avec les laboratoires membres, qui impulsent naturellement les perspectives évoquées. Certains de ces sujets soulèvent la question d'équipements complémentaires qui, pour certains, restent à discuter et à harmoniser pour les 4 années à venir. Ces projets d'équipements témoignent du dynamisme de la 'microscopie' lyonnaise.

Sont évoqués dans les lignes qui suivent les projets suggérés par les acteurs du CLYM, précédé d'un court alinéa faisant le point sur les équipements complémentaires, en général plus modestes, nécessaires à court terme.

2.B.2.a. Equipements complémentaires nécessaires à court terme

Nous présentons ici un ensemble d'équipements et d'accessoires jugés nécessaires pour la mise à niveau ou rénovation d'accessoires ou de périphériques des microscopes actuels du CLYM.

Le montant total est évalué à **520 k€ (HT)** et se décompose comme suit :

EELS 2010F : 140 k€ : jouvence nécessaire du DigiPEELS et migration vers un système Enfina Gatan

Rénovation/remplacement de petits matériels de préparation : 180 k€ (PIPS + *dimple grinder* Gatan 80 k€, bloc à vide pour porte-objets Fischione 50 k€, plasma-cleaner Fischione : 50 k€)

Accessoires analytiques : 200 k€ (nouvelle technologie d'analyseurs *EDX-SDD* sur l'ESEM, MEB de laboratoires partenaires (2), et éventuellement système WDS à court terme dans un cadre de collaboration avec la société Oxford Instruments).

Ces coûts seront intégrés dans la prévision budgétaire des années à venir, voir §.2.B.3.c.

montées sur leur canne 'maison' (des nanofils de ZnO par exemple pourraient être utilisés comme candidats idéaux pour des premières expériences).



2.B.2.b. MET dédié à l'ultra-Haute Résolution (coût entre 2.7 et 5 M€)

Le laboratoire IRCELYON dispose d'un microscope à haute résolution (émission conventionnelle LaB₆) de près de 20 ans, et exprime sa volonté de procéder à son remplacement. Ce type d'appareil constitue un outil d'analyse incontournable pour les nano-objets complexes et dispersés, thématiques présentes dans environ 80 publications / an d'IRCELYON, aussi bien sur des matériaux modèles qu'industriels). Dans le rapport remis à l'AERES pour l'évaluation de la Fédération CNRS "ICL" (FR 3023 dirigée par P. Sautet), est décrit un profil d'instrument mi-lourd possédant des caractéristiques d'imagerie sub-Angström (performances permises par les dernières générations d'instruments à 200 kV, en mode STEM-HAADF atomique grâce à un correcteur d'aberration de type 'sonde').

Cette priorité dans le plan de renouvellement du parc instrumental d'un laboratoire partenaire s'accorde aux projections à moyen terme du CLYM : ce projet est en effet à rapprocher d'une demande formulée il y a quelques semaines par le PRES de Lyon auprès du Ministère, dans le cadre des Projets de grands équipements scientifiques soutenus par l'opération Campus, déclinée au niveau lyonnais en un grand projet unique (Lyon Cité Campus). Ce projet se traduit principalement par des opérations immobilières, qui sous-tendent des problématiques scientifiques ambitieuses. L'une d'entre elles concerne l'acquisition d'un microscope en transmission dédié à l'ultra-résolution dans le périmètre de la Fédération CLYM⁴⁶.

2.B.2.c. FIB couplé au SIMS (coût environ 1.5 M€)

Comme évoqué au §.2.B.1.b, l'arrivée du FIB stimule comme attendu de fortes demandes potentielles au point qu'on peut très sérieusement considérer que l'appareil sera vite saturé⁴⁷. De surcroît, il est impératif que tout centre de microscopie qui prétend se maintenir à la hauteur de la compétition internationale réponde au souci de diversification des instruments de caractérisation qu'il gère : en l'occurrence, le nombre d'accessoires que l'on peut installer sur une colonne FIB est limité, et le CLYM a fait des choix pour lever les verrous les plus urgents et largement développés dans les parties précédentes de ce rapport. Ainsi, l'instrument acheté en 2009 ne dispose pas de possibilité d'analyse chimique fine, notamment orientée éléments légers et 'traces'.

Un second FIB couplée à la technique SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry) est donc envisagé⁴⁸.

Ce projet est très complémentaire de la politique d'équipement en SIMS à l'Université Lyon I qui, en lien avec l'ICL, fait l'acquisition d'un système TOF-SIMS dédié à compléter les techniques d'analyse de surface dans le cadre de la CLEA (opération piloté par le LSA, umr 5180 - 360 k€ -).

Ce projet est impulsé par le LST de l'ENS, et correspond également à une demande forte exprimée par l'Ecole des Mines de S'-Etienne. Un des projets de développement du futur Laboratoire Claude Goux (actuellement PECM) est centré sur l'analyse multiphysique locale des matériaux. Dans ce cadre, pour compléter les analyses mécaniques, chimiques et thermiques réalisées par EBSD, diffraction de RX, XPS/Auger et thermographie infrarouge, le LCG prévoit l'achat d'un équipement couplant un prélèvement local précis (de type FIB) avec une analyse chimique fine (de type SIMS). Le cahier des charges technique est en cours de finalisation.

⁴⁶ Cette demande est parfaitement justifiée par les besoins en matière d'étude des nano-matériaux : compte-tenu du caractère de plus en plus "nanométrique" des systèmes étudiés dans ce contexte (nanocomposites, dispositifs de la nanoélectronique, nanoparticules,...), il manque à l'environnement du CLYM un microscope en transmission spécifiquement dédié à l'ultra-haute résolution (sub-Angström). Ainsi il n'existe à ce jour pas de machine opérationnelle dans les laboratoires universitaires français possédant un "double-correcteur", visant à améliorer simultanément la taille de la sonde électronique et la résolution des images au niveau indiqué. Un tel microscope totalement instrumentalisé peut potentiellement être fourni par au moins 3 constructeurs mondiaux, dans une fourchette budgétaire entre 2.7 et 5 M€ selon le détail des équipements.

⁴⁷ Le CLYM a d'ailleurs une grande expérience de cette situation : le microscope MEB ESEM est réservé pratiquement 2 mois à l'avance pour toute demande environnementale spécifique mettant en jeu des compétences spécifiques, et notamment la participation de membres spécialistes de l'Equipe-Microscope.

⁴⁸ Cet équipement est en fait un FIB 'fort courant' auquel est associé un spectromètre de masse (quadripolaire).



Dans tous les cas, un *FIB-SIMS* constituerait un équipement complémentaire du *FIB* récemment acquis par le CLYM.

Dans la continuité de cette demande, il est cohérent de préparer un projet de *nano-SIMS*. Un tel outil d'imagerie chimique et isotopique à l'échelle nanométrique est essentiel au développement de thèmes de recherche allant des sciences de l'Univers à la médecine⁴⁹, en passant par l'environnement et les nanotechnologies. Il permettra également de susciter la venue de scientifiques de renom sur Lyon.

2.B.2.d. MEB haute résolution pour nano-manipulation (complément 300 k€)

Les activités qualifiables de micro- ou nano-manipulation en Microscopie Electronique présentées aux paragraphes I.B.3.a) et b) sont à forte valeur scientifique ajoutée dans un contexte de 'nano-technologie'. Elles représentent de surcroît une démarche expérimentale lourde qui nécessite des temps importants de développements et de mise au point sur l'instrument. Cette utilisation des installations s'accomode mal d'une gestion 'à la session' (journée ou demi-journée), comme il reste logique et raisonnable de l'envisager pour la plupart des activités classiques de recherche où l'on réserve un microscope pour un temps assez court, destiné à étudier un (ou plusieurs) échantillons sur des problématiques bien ciblées à l'avance. Ainsi, le laboratoire **LPMCN** a-t-il programmé l'acquisition d'un MEB destiné à la plateforme "NanoFils" lyonnaise, regroupant des équipes du LPMCN, du **LMI**, du **CETHIL** et de l'**IMP** travaillant sur diverses problématiques 'nanotubes et nanfils'⁵⁰. Un complément de budget de l'ordre de 200 à 300 k€ pourrait être nécessaire pour un instrument de 'haute résolution', i.e. avec une résolution nanométrique, voire sub-nanométrique. Cet instrument serait versé partiellement au CLYM, et géré de manière à garantir une priorité maximale d'utilisation pour des développements liés à sa vocation première, i.e. la "nano-mesure"⁵¹.

2.B.2.e. AFM complémentaire (coût 350 k€)

Un projet présentant un fort intérêt pour l'**INL** a été introduit au §.2.B.1.a, concernant un microscope AFM dédié au mode environnemental (à vocation de fonctionnalisation in situ de surfaces, permettant notamment d'améliorer les mesures électriques sur les semi-conducteurs). Cet instrument compléterait avantageusement les moyens du CLAMS versés au CLYM.

2.B.2.f. Sonde Atomique Tomographique : compléter les échelles 3D (coût 1.5 M€)

Dans le paysage d'équipements possibles brossé jusqu'ici, la Sonde Atomique Tomographique peut se révéler à terme un outil supplémentaire indispensable. On a évoqué au §.1.B.2.d) les thèmes liés au verrou 4 portant sur l'analyse 3D des nano-matériaux. Cette démarche est omniprésente dans la plupart des activités de caractérisation des partenaires du CLYM. Les efforts consentis en tomographie

⁴⁹ La résolution spatiale du *nano-SIMS* (quelques dizaines de nm) et sa sensibilité aux variations isotopiques en font un outil d'analyse chimique quantitative irremplaçable dans des domaines aussi variés que (i) **la cosmochimie** (l'Univers avant le Soleil), **les bio-matériaux** (étude des processus cellulaires élémentaires de fabrication du squelette), **l'environnement** (quelles poussières respirons-nous?), les **paléo-environnements** (les archives du climat et de son impact sur le vivant). Tous ces thèmes sont fortement ancrés sur Lyon et complémentaires d'autres techniques analytiques disponibles : notamment, spectroscopies Raman (plate-forme INSU) et spectrométrie de masse par couplage de plasma induit (ICPMS) au LST de l'ENS, microscopies électroniques et FIB au CLYM).

⁵⁰ nano-manipulation haute résolution, mesures in-situ de transport et émission de champ, collage de nano-objets, études de nano-mécanique, réalisation d'échantillons pour la nano-fluidique ; caractérisation des propriétés mécaniques et électriques des différents types de nanofils et nanocâbles synthétisés ; cathodoluminescence sur nanofils individuels ; développement d'un AFM thermique sous MEB, étude des échanges thermiques aux interfaces ; influence de la fonctionnalisation de surface d'un nanofil sur ses propriétés électriques).

⁵¹ Fin 2010, un soutien budgétaire de la Région Rhône-Alpes a été accordé à ce projet.



électronique (fig. 9) ou bientôt par FIB (fig. 10) renforcent la compétence et la maîtrise acquises en tomographie X (fig. 8), et permettent donc de couvrir une large gamme d'échelle spatiale, du mm au nm. Il reste à étendre cette approche à l'échelle atomique, ce que permet par définition la sonde atomique tomographique⁵². Longtemps réservé à des laboratoires spécialisés (notamment, le GPM de Rouen, de renommée internationale dans ce domaine), cette technique est en voie de démocratisation en raison de la disponibilité récente d'instruments commerciaux adaptés aux échantillons semi-conducteurs (excitation par 'pulses' laser). Ceci ouvre des possibilités immenses pour la micro- et nano-électronique, et peut donc intéresser l'INL à plus d'un titre (problématiques d'interfaces par exemple : systèmes multi-couches diélectriques / semi-conducteurs, nanofils intégrés en matrice). D'autres laboratoires du CLYM ont également vocation à être concernés par cette technique, en prolongement des approches 3D par tomographie X ou électronique. Le laboratoire MATEIS par exemple développe de nombreuses études métallurgiques sur des problématiques de précipitation⁵³, où les besoins en analyse chimique locale (nano-précipités, composition de la solution solide) sont parfaitement adaptés à la sonde atomique.

II.B.3. Vie et animation du CLYM

2.B.3.a. Formation

La formation concerne 2 aspects : la formation interne et la formation externe.

En interne, la mission de formation des utilisateurs est une mission essentielle héritée de l'ex-CLYME et sous-tendue par la mission 1 du §.1.A.1.b) : *péreniser la structure...*

Grace aux membres de l'Equipe-Microscope, tout utilisateur potentiel d'un laboratoire partenaire a vocation à être formé pour au moins être autonome pour des observations de routine. Il est par contre évident que les expérimentations 'de pointe' présentent des difficultés du fait de l'expertise nécessaire. A titre d'exemple, l'Equipe-Microscope a longtemps conservé la prérogative des observations en 'vraies' conditions environnementales sur le microscope *ESEM* du CLYM. Néanmoins, comme évoqué dans la partie 1, certains modes d'imagerie (*WET-STEM* notamment, ou expérimentations de chauffage in situ) se 'démocratisent' et l'ouverture aux formations est en phase d'élargissement aux utilisateurs membres⁵⁴.

Par ailleurs, des sessions de cours internes sont occasionnellement organisées, ou sur demande, sur des aspects théoriques ou pratiques, comme ceux liés à la Microscopie en Transmission par exemple.

Au plan externe, un grand nombre de chercheurs et enseignants-chercheurs des laboratoires partenaires du CLYM, et même membres de l'Equipe-Microscope, interviennent dans la vie pédagogique de leur établissement de rattachement (ECL, INSA-Lyon, ENS, UCBL). En particulier, des cours de caractérisation par techniques de microscopie (électronique, AFM/STM) ou par spectroscopies sont dispensés en formation initiale (niveau Master M1 ou M2), notamment dans les Ecoles Doctorales "Matériaux" et "Chimie" de Lyon.

Sur le plan de la formation permanente, 2 stages tournés vers l'extérieur sont annuellement proposés à l'INSA de Lyon⁵⁵, et plusieurs sont assurés par le CTμ⁵⁶. A ce jour ces sessions sont gérées par des

⁵² La Sonde Atomique Tomographique (*Atom Probe Tomography, APT*) consiste à "éplucher" atome par atome un objet taillé en pointe, et analyser en position et en masse (spectrométrie à temps vol) les impacts atomiques sur un détecteur bi-dimensionnel, afin de reconstruire l'arrangement atomique 3D du volume sondé.

⁵³ Une expérience dans ce domaine en collaboration avec le GPM Rouen a déjà été évoquée au §.1.B.2.d).

⁵⁴ A priori, l'assistance, voire la prise en charge totale des expérimentations reste de mise pour les utilisateurs externes, en particulier dans le cadre des expériences agréées par le réseau national METSA, pour lesquelles il s'agit d'un service implicite.

⁵⁵ 1 stage de formation permanente labellisé "CNRS Formation Entreprises" (<http://cnrsformation.cnrs-gif.fr/STAGES/StagesNx/2009-VIII-13.html>), 1 stage orienté "MEB" proposé par la filiale de formation de l'INSA (<http://www.insacast.fr/pdf/2972>)

⁵⁶ Microscopie électronique en transmission (1 par an), Microscopie électronique à balayage (1 par an), Microanalyse X (1 par an), Techniques de base en microscopie confocale (3 par an), et stages à la carte.



FED C L Y M

organismes de formation en liaison directe avec les laboratoires concernés, mais une discussion est en cours sur l'opportunité d'un affichage sous la bannière CLYM.

2.B.3.b. Communication et actions 'grand public'

Conscient de la nécessité d'un dialogue entre les partenaires, nous avons récemment relancé l'édition d'une lettre brève d'information mensuelle destinée à la communication interne par messagerie électronique (cf. Figure 21a). Cette tâche a malheureusement trop souvent été négligée par le passé, et malgré l'organisation ponctuelle de rencontres, séminaires informels, nous avons beaucoup à gagner à augmenter nos échanges. Un certain nombre d'outils existent, qui doivent donc pour certains être renforcés :

- lettre d'information
- serveur de documents à usage strictement interne au CLYM⁵⁷; permettant à chaque laboratoire partenaire de prendre connaissance de documents importants pour la vie communautaire (textes, notamment compte-rendus des Assemblée Générales ou réunions du Conseil de Direction, présentations audiovisuelles, voire mutli-média, ect...)
- site web (page modeste actuellement hébergée par le site de l'INSA – cf. Figure 21b), qui n'a pas été mise à jour depuis de longs mois en raison d'un changement dans la politique d'édition 'web' de l'établissement fin 2008).



Figure 21 : communication au sein du CLYM (à gauche : Bulletin d'information mensuel diffusé en interne ; à droite : page web - en cours de mise à jour - hébergée sur le site de l'INSA de Lyon : <http://dsi-vml2.insa-lyon.fr/fr/recherche/laboratoires-et-plates-formes/plates-formes/le-clym/centre-lyonnais-de-microscopie/>).

Dans un autre domaine touchant à la communication, i.e. la diffusion de l'information scientifique, le CLYM est très actif en matière d'actions tournées vers le 'Grand Public'. Nous participons depuis son lancement à la Fête Nationale de la Science par des journées Portes Ouvertes durant 4 jours (2 journées réservées aux groupes scolaires et le week-end dédié aux particuliers). Cette opération connaît un succès important (cf. Figure 22), avec un accueil régulier de plusieurs centaines de visiteurs à chaque édition (700 personnes en 2008, dont 12 classes de primaire, collègue et lycée sur 2 jours, et plus de 300 personnes durant le week-end).

D'autres actions plus ponctuelles sont également organisées, soit avec le service 'communication' du CNRS (protocoles 'Passion-Recherche' : 2 opérations réalisées en 2007-2008 avec un collègue de Lyon

⁵⁷ <http://led.insa-lyon.fr/net/info/projetclym>

7°) soit avec le CCSTI du Rhône (notamment une action en 2008-2009 de type "A la Rencontre des Sciences" avec un lycée lyonnais).



Figure 22 : démonstration des microscopes au CLYM lors d'une des dernières éditions de la Fête de la Science nationale (de gauche à droite : primaires, collégiens, lycéens et particuliers).

2.B.3.c. budget de fonctionnement (prospectif)

Nous présentons ici une projection du budget de fonctionnement du CLYM pour les 4 années à venir (**Tableaux 8**).

Ce budget tient compte des "Equipements complémentaires nécessaires à court terme" énoncés au §.2.B.2.a. En revanche, les projets d'équipements mi-lourds décrits dans les alinéas suivants (2.B.2.b. à 2.B.2.f., représentant des investissements de *plusieurs millions d'euros*), n'entrent pas dans cette planification.

Les éléments financiers (HT) servant à établir nos prévisions sont de différents ordres :

- on anticipe sur une faible inflation des coûts de fonctionnement des instruments existants (effet de vétusté grandissante), autour de 10 % par an (base d'environ 110 k€ d'après le **Tableau 6**)
- les subventions METSA (§.1.B.4.b) sont légèrement augmentées dès lors que le FIB du CLYM sera ouvert au réseau
- les investissements "nécessaires" du §.2.B.2.a. sont lissés sur la période 2011-2014

Ces considérations conduisent à un poste 'dépendances' de l'ordre de 290 k€ annuel. Sur cette base, on peut solliciter une subvention pour la Fédération de 76 k€ HT, au prorata de ce qui est versé aujourd'hui (30 k€ TTC) .

2.B.3.d. Moyens humains (prospectif)

Depuis les débuts du CLYME en 1998, la gestion du CLYM a toujours été assurée par des enseignants-chercheurs, chercheurs, ingénieurs et techniciens permanents des partenaires, sur la base du **volontariat** : volontariat des laboratoires à "déléguer" leurs personnels, volontariat des individus eux-mêmes à assurer gracieusement des tâches collectives.

L'ampleur que prend le CLYM est une conséquence du nécessaire regroupement de moyens mi-lourds dans un système fédératif. De surcroît, la technicité et la variété grandissante des équipements gérés par le CLYM requiert constamment plus de compétences en termes de moyens humains.

Malgré l'investissement responsable des membres, au travers de la constitution d'une Equipe-Microscope (cf. §.1.C.1.c)⁵⁸, il devient indispensable de doter la structure CLYM de personnels en propre. 2 profils à très court terme semblent nécessaire pour assurer un bon fonctionnement :

⁵⁸ précisons ici que la composition de l'Equipe-Microscope devrait être modifiée à la hausse fin 2009 , en raison notamment de la volonté de certains partenaires (en particulier INL, LST, LPMCN, ...) de renforcer leur participation au CLYM compte-tenu des derniers investissements réalisés (FIB) ou prévu (METET et futurs projets).



2010		2011	
Dépenses		Dépenses	
coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	128 961.0 €	coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	134 568.0 €
investissement 1 (SDD ESEM, complément NANOSOL)	60 000 €	investissement 2 (rénovation EELS 2010F)	140 000 €
frais d'installation FIB	10 000 €	frais annexes (missions, réserve pannes)	10 000.0 €
frais annexes (missions, réserve pannes...)	2 592.0 €	TOTAL DEPENSES	284 568.0 €
TOTAL DEPENSES	223 961.0 €		
	Recettes		Recettes
solde 2009	0.0 €	solde 2010	11 000.0 €
cotisations annuelles des laboratoires partenaires	49 653.7 €	cotisations annuelles des laboratoires partenaires	54 189.3 €
locations des instruments	99 307.3 €	locations des instruments	108 378.7 €
prestations diverses et contributions spéciales de laboratoires pour SDD	26 000.0 €	financement METSA	20 000.0 €
financement METSA	10 000.0 €	soutien FED 4092 (Ministère)	76 000 €
soutien FED 4092 (Ministère)	27 592 €	contribution spéciale de laboratoires pour EELS	40 000 €
TOTAL RECETTES	212 553.0 €	TOTAL RECETTES	309 568.0 €
SOLDE (estimatif)	11 000 €	SOLDE (estimatif)	25 000 €
2012		2013	
Dépenses		Dépenses	
coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	140 175.0 €	coût global de fonctionnement des instruments (contrats d'entretiens, consommables, forfait réparations/pannes)	145 782.0 €
investissement 3 (accessoires préparations)	150 000 €	investissement 4 (compléments préparations + SDD)	160 000 €
frais annexes (missions, réserve pannes)	10 000.0 €	frais annexes (missions, réserve pannes)	15 000.0 €
TOTAL DEPENSES	300 175.0 €	TOTAL DEPENSES	320 782.0 €
	Recettes		Recettes
solde 2011	25 000.0 €	solde 2012	21 000.0 €
cotisations annuelles des laboratoires partenaires	58 725.0 €	cotisations annuelles des laboratoires partenaires	61 927.3 €
locations des instruments	117 450.0 €	locations des instruments	123 854.7 €
financement METSA	20 000.0 €	financement METSA	10 000.0 €
soutien FED 4092 (Ministère)	76 000 €	soutien FED 4092 (Ministère)	76 000 €
contribution spéciale de laboratoires pour "prép."	24 000 €	contribution spéciale de laboratoires pour préparations / SDD	30 000 €
TOTAL RECETTES	321 175.0 €	TOTAL RECETTES	322 782.0 €
SOLDE (estimatif)	21 000 €	SOLDE (estimatif)	2 000 €

Tableau 7 : projection budgétaire du CLYM de 2010 à 2014.

- les aspects administratifs, comptables et financiers, assurés tant bien que mal par des chercheurs, appuyés par une participation à temps partiel d'une secrétaire de laboratoire (MATEIS) et relayés à ce jour par les services de l'INSA de Lyon doivent être interfacés au niveau du CLYM par une réelle compétence de gestionnaire. **Ainsi, le CLYM revendique l'attribution d'un demi-poste en personnel administratif (niveau assistant-ingénieur si possible) pour assurer ce rôle conjointement à celui d'un "secrétariat de Direction"**
- les tâches techniques sont d'une importance capitale pour le bon fonctionnement quotidien des installations (microscopes et autres équipements). En particulier, la préparation des objets pour les divers 'microscopies' est un domaine très prioritaire, et, pour le FIB notamment, demandeur d'un investissement constant en temps et en formation. **Nous demandons donc l'attribution d'un poste à temps plein de technicien(ne) avec une formation initiale de type 'mesures physiques'.**