

Développement d'un four miniature 1300°C pour la Microscopie Electronique à Balayage Environnementale ou en Vide Partiel

J Mendonça^{1,2}, HP Brau¹, R Podor¹, J. Lautru¹, D. Nogues², A. Candeias²

¹Institut de Chimie Séparative de Marcoule, laboratoire L2ME, CEA Marcoule

²NewTec Scientific, 2 route de Sommières, 30820 CAVEIRAC

La microscopie électronique à balayage environnementale à haute température est une activité phare du L2ME depuis maintenant 12 ans. Elle a conduit à l'observation de nombreux phénomènes physico-chimiques se déroulant dans la gamme de température 25-1400°C tels que l'incorporation du RuO₂ dans les verres nucléaires, la détermination des conditions de formation de lacs de molybdène lors de l'élaboration de certains verres ou encore la description du premier stade du frittage d'UO₂.

Des développements récents menés en collaboration avec la société NewTEC Scientific (basée à Nîmes), portant sur le développement d'une nouvelle famille de fours miniatures ouvrent de nouveaux champs d'investigation. Un nouveau four entièrement métallique, appelé FurnaSEM1300, permet d'atteindre une température maximale de 1300°C (Figure 1), tout en garantissant une excellente qualité de l'atmosphère environnant l'échantillon (vide poussé, conditions oxydantes ou réductrices) et la possibilité de travailler à une distance de travail optimisée. Ce four permet d'accéder à de nouvelles fonctionnalités et il ouvre de nouveaux champs d'exploration, en particulier pour l'étude du comportement des matériaux métalliques.

Des images d'excellente qualité ont été enregistrées sur une céramique modèle (Figure 2) jusqu'à 1338°C sous 100 Pa de pression d'air, sans perte de qualité d'image (modification du rapport signal/bruit, résolution). La nature des matériaux choisis pour construire ce four permet de limiter l'émission des électrons thermiques et permet une meilleure stabilité des images lors de la montée en température, et en palier isotherme. En parallèle, la qualité du vide accessible avec ce four même lorsqu'il est chauffé à haute température, et ses propriétés intrinsèques permettent de réaliser des montées en température ou des trempes très rapides jusqu'à 10°C/s. Les performances intrinsèques de ce dispositif expérimental donnent accès aux transformations microstructurales se déroulant dans des alliages métalliques lors de trempes rapides (formation d'austénite ou de bainite dans des aciers). Ces transformations ont pu être observées pour la première fois dans un MEB (Figure 3).

Ces nouveaux matériels et développements méthodologiques associés sont accessibles à l'ICSM en prenant contact avec Renaud Podor ou Joseph Lautru.

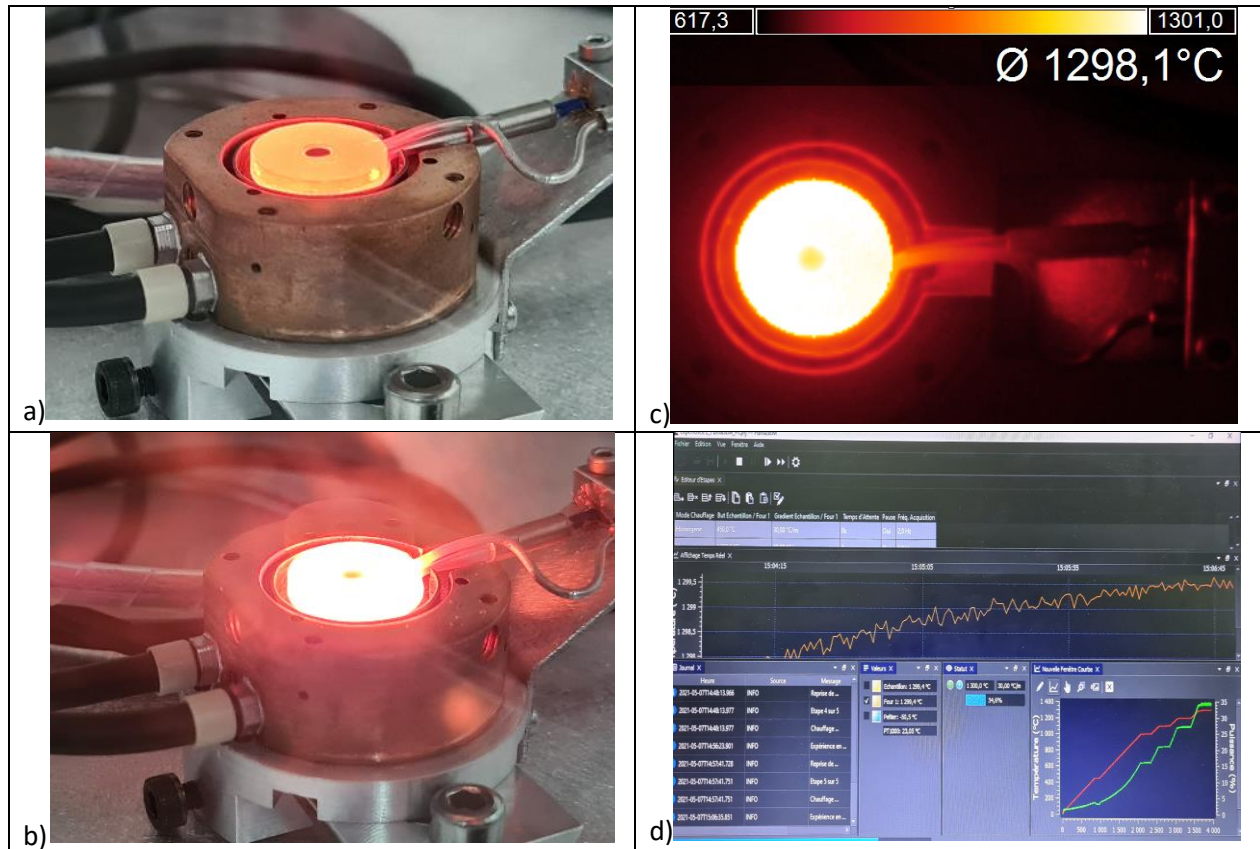


Figure 1. Photographies du four FurnaSEM 1300 monté sur le banc d'essai en fonctionnement à 1000°C (a) et 1300°C (b). Carte de température du four FurnaSEM 1300 chauffé à 1300°C enregistrée avec la caméra infrarouge (c). Conditions logiciel associées (d).

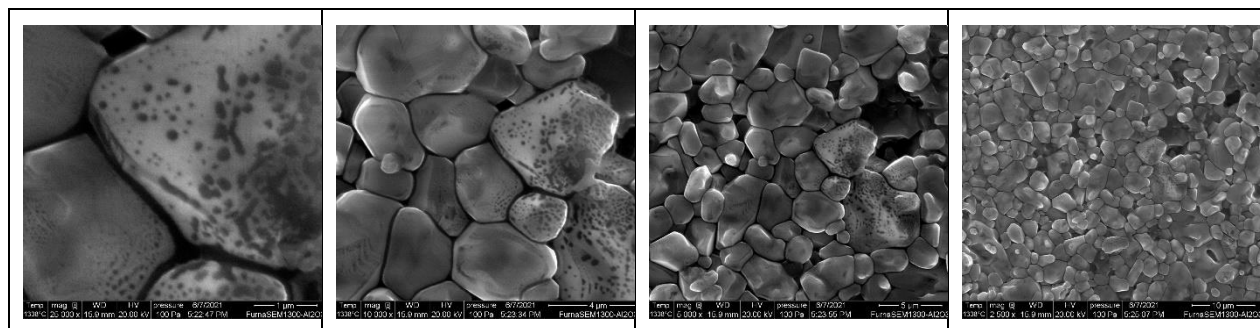


Figure 2. Images enregistrées à 1338°C sur une plaque d'alumine (Al_2O_3) à différents grandissements.

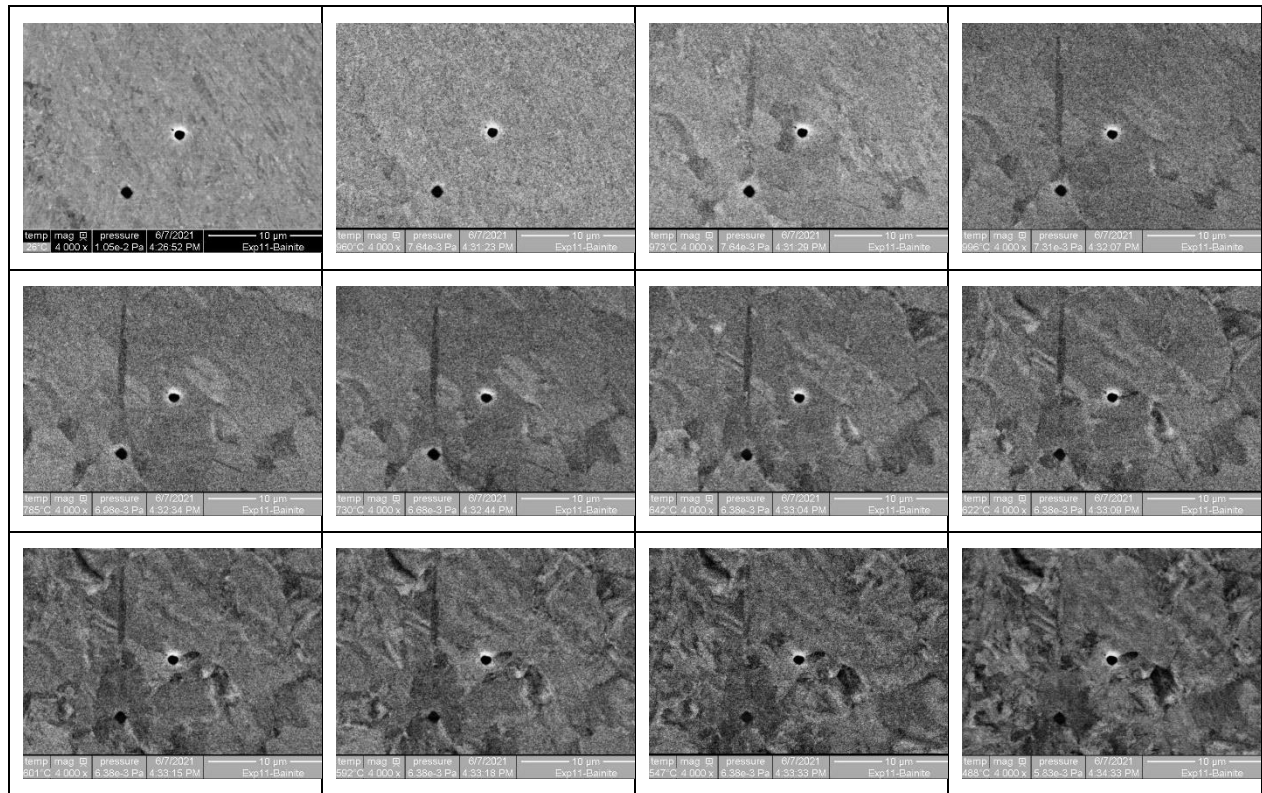


Figure 3. Série d'images MEB enregistrées avec le four FurnaSEM1300 sous vide poussé lors du traitement thermique appliqué à un acier. Les différentes transformations sont directement observables sur les images enregistrées.