

# Technique de caractérisation des matériaux

Définition des matériaux

Type des matériaux

Classification des matériaux

Comment caractérisé les matériaux?

Les techniques de caractérisation

Dr HACHEMAOUI Mohammed

# Technique de caractérisation des matériaux



LE MET

LE MEB

TZI

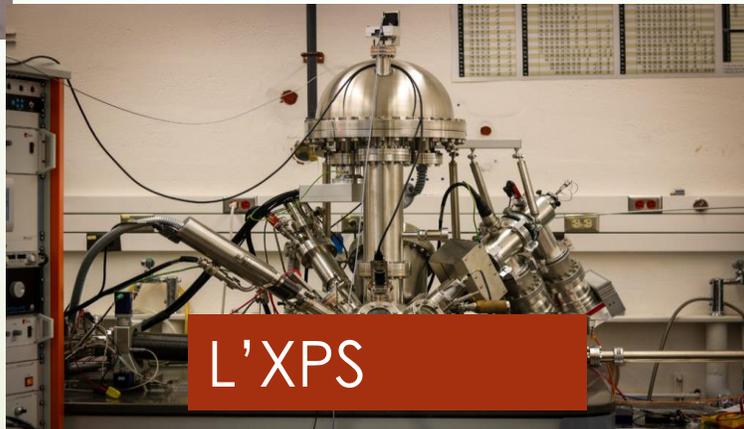
LA FRX



6 chapitre



LA SAA



L'XPS

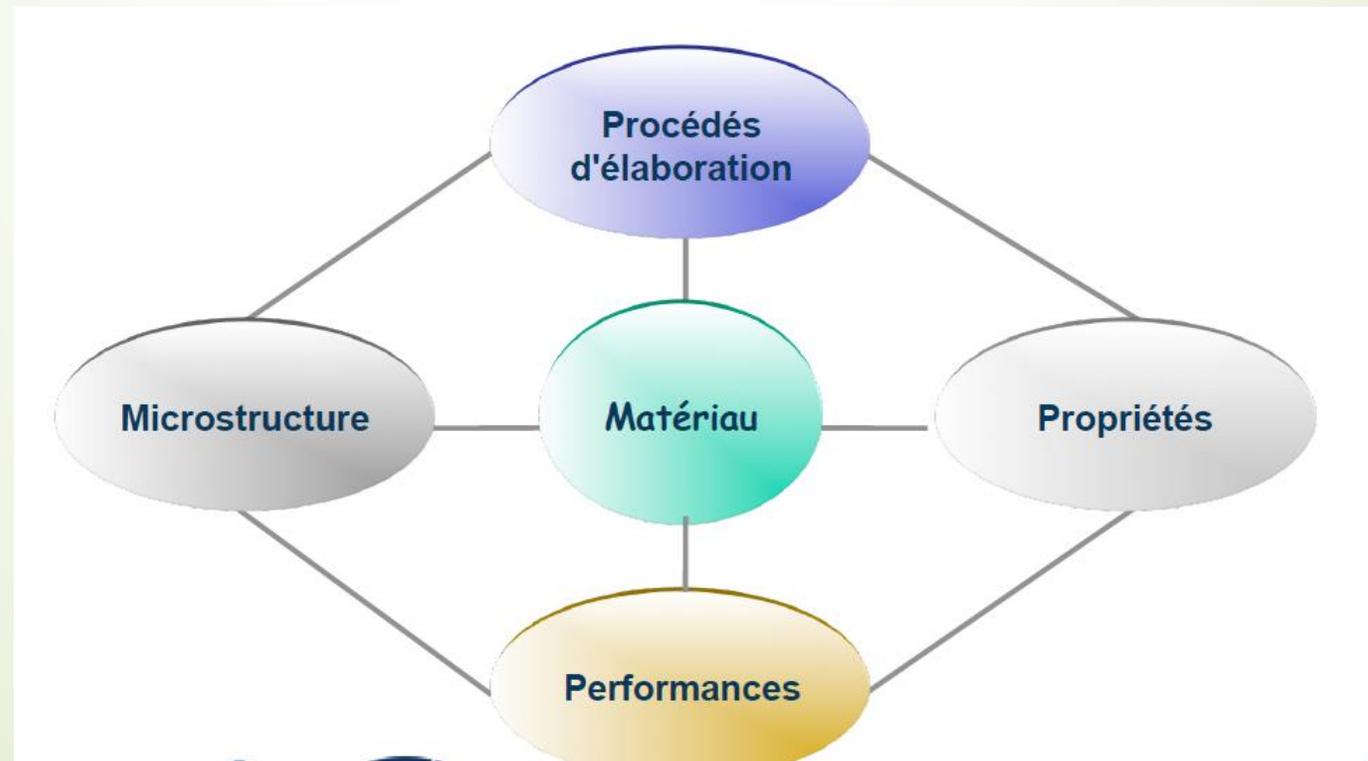


LA TLUM

# Technique de caractérisation des matériaux

## Qu'est-ce qu'un matériau ?

substance quelconque utilisée pour la construction des objets, machines, bâtiments etc



# Technique de caractérisation des matériaux

## Définition des matériaux

Un matériau est tout produit (naturel ou artificiel) qui peut être utilisé pour fabriquer des objets. C'est aussi toute substance, ou matière pouvant destinée à être mise en forme

D'origines naturelles comme :

- les minéraux : ils sont extraits du sol (eau, terre, sable...)
- les organiques d'origine végétale (bois, coton, lin...)
- les organiques d'origine animale (laine, viande, lait...)

d'origines artificielles :

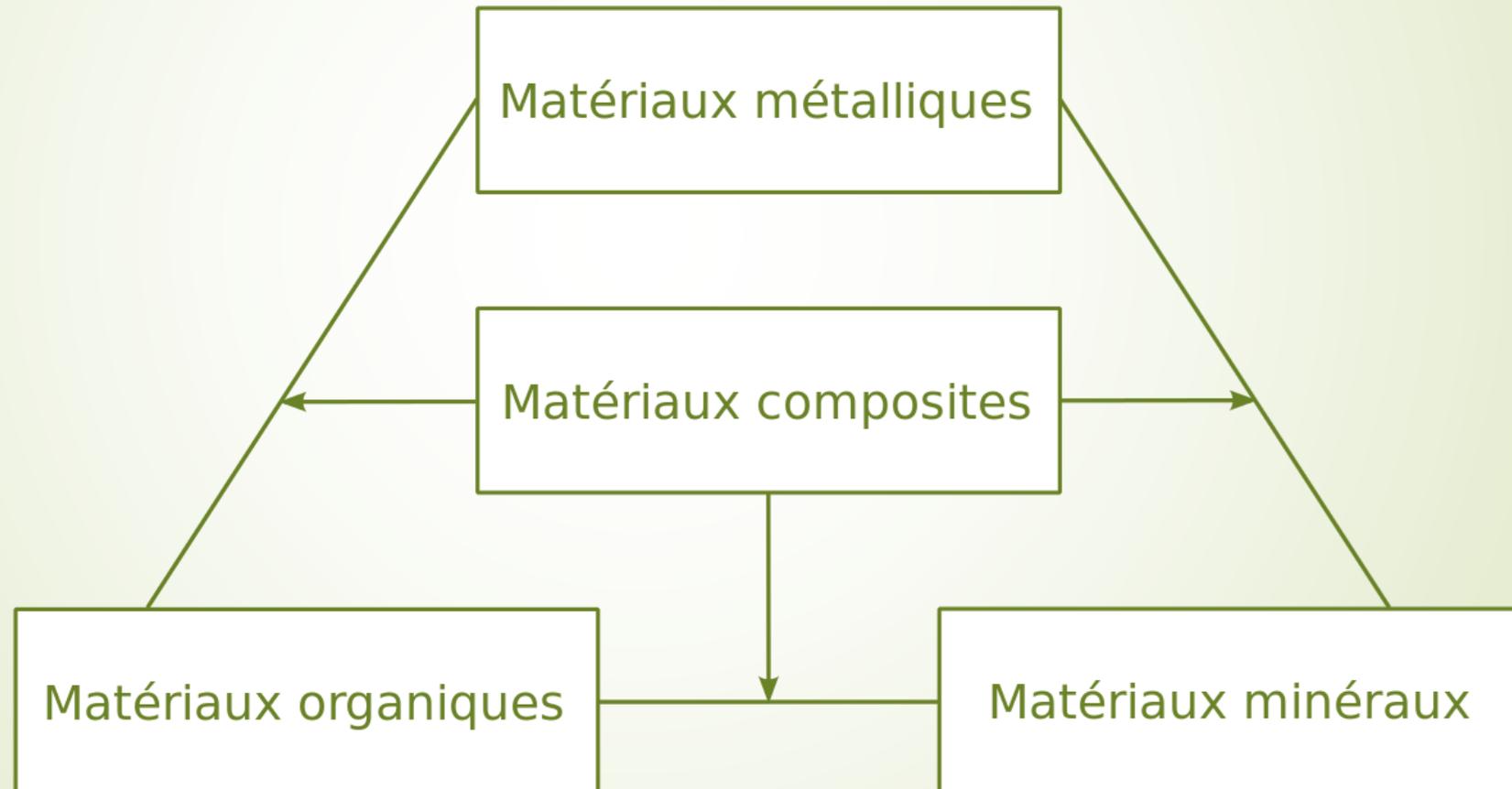
ils n'existent pas dans la nature ; il faut donc un travail humain ou animal pour transformer des matériaux naturels afin de créer de nouveaux matériaux. C'est ce qu'on appelle les matériaux de synthèse.

# Technique de caractérisation des matériaux

- les métaux que l'on extrait à partir des minéraux (cuivre, zinc, argent, aluminium, plomb...)
- les alliages qui sont des mélanges de plusieurs métaux (bronze, laiton, zamac...)
- les plastiques que l'on crée à partir d'éléments naturels comme le bois, le charbon et le pétrole... (PVC, caoutchouc, polystyrène, polyamide, Nylon...)

# Technique de caractérisation des matériaux

## Classification des matériaux



# Technique de caractérisation des matériaux

## Propriétés recherchées des matériaux

### *Physiques*

masse spécifique, conductibilité électrique, thermique, ionique, énergie de surface, chaleurs latentes de transformation, coefficients de dilatation thermique, indice de réfraction, etc.

### *Chimiques*

résistance à l'oxydation, à la corrosion, stabilité, réactivité, diagrammes d'équilibre, etc.

### *Mécaniques*

élasticité, plasticité, résistance à la rupture, dureté, résistance à l'usure etc

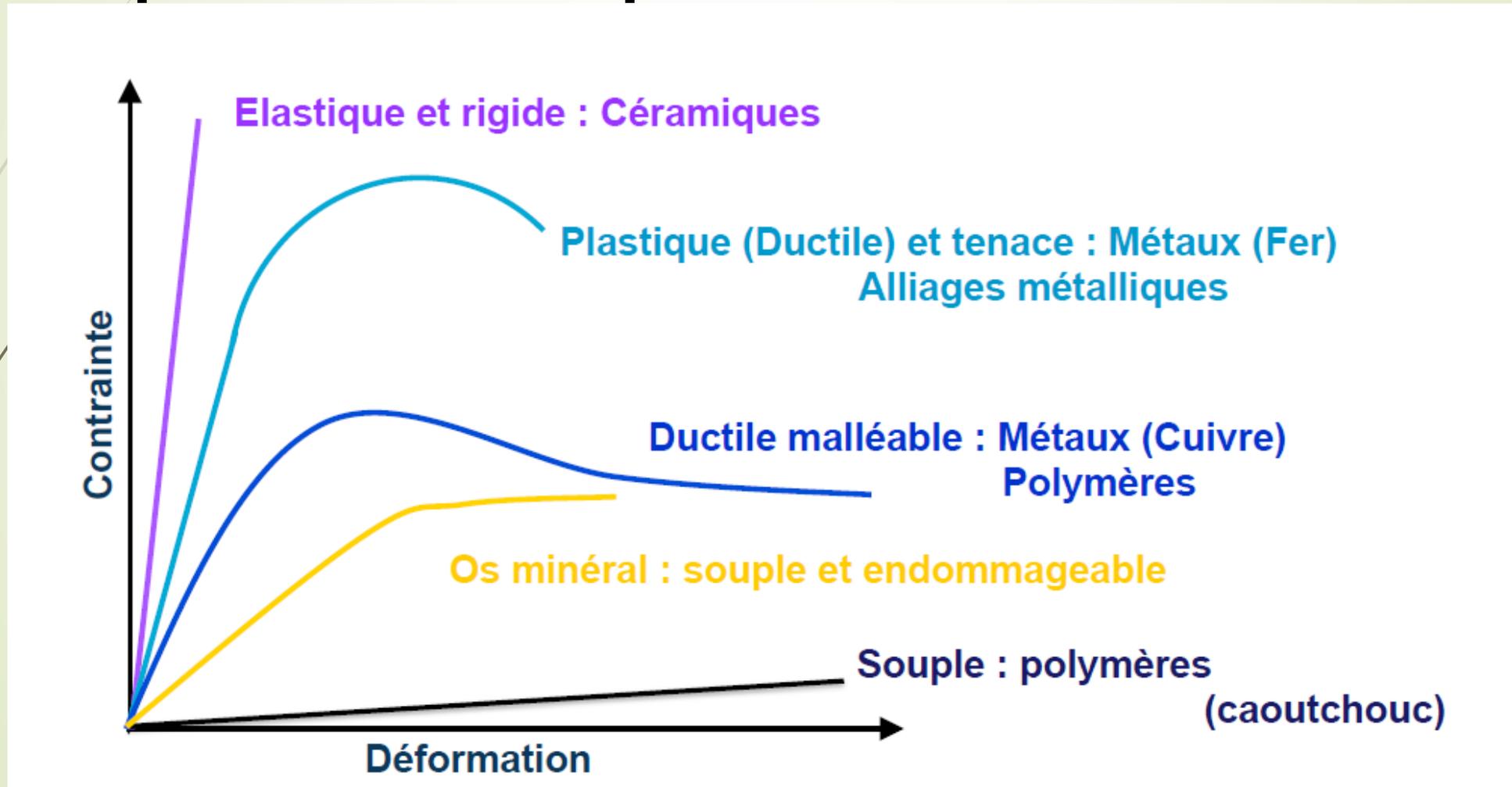
# Technique de caractérisation des matériaux

## Performances recherchées des matériaux

*Reproductibilité, fiabilité, durabilité, efficacité, coût, absence de nocivité, capacité de recyclage etc*

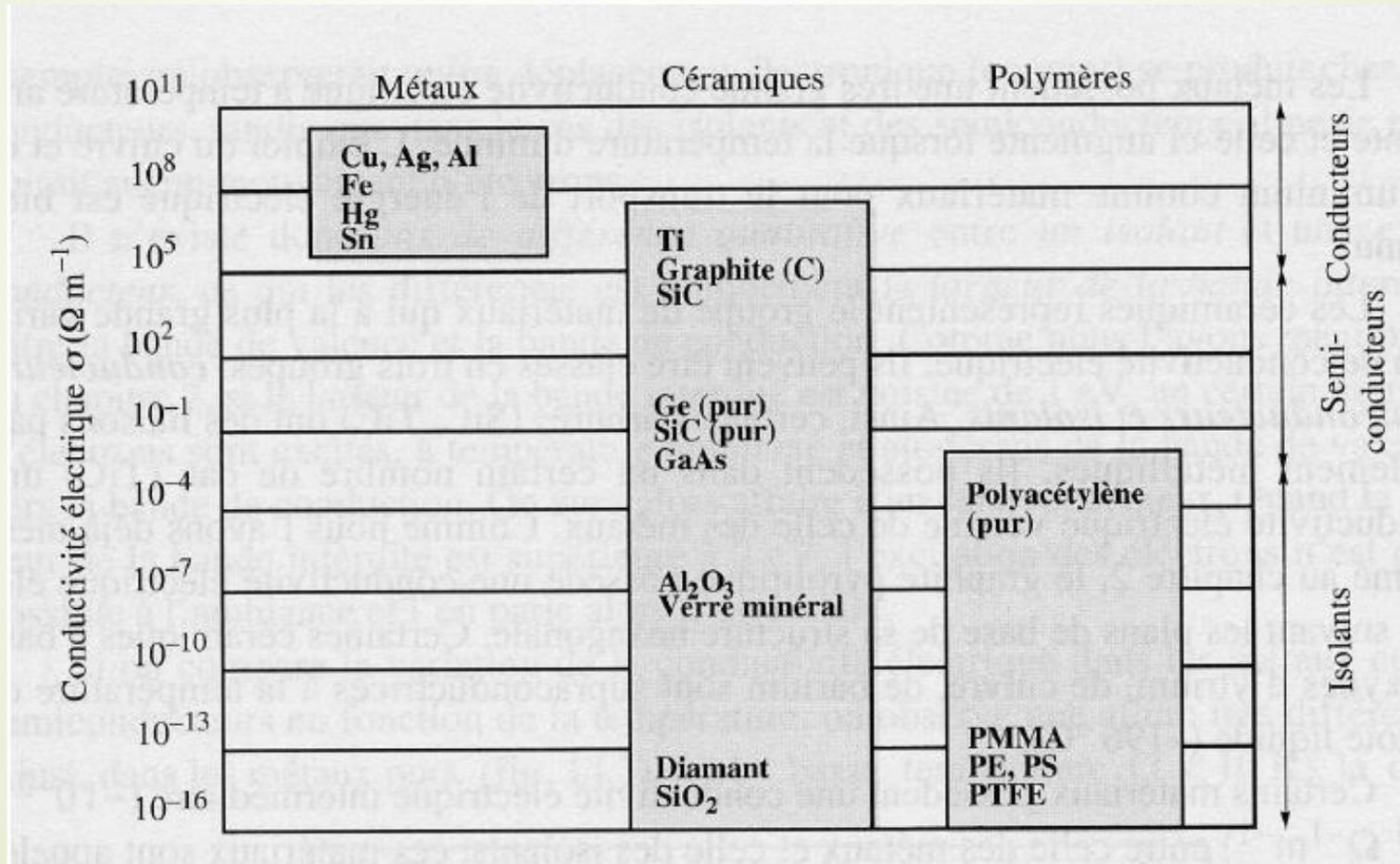
# Technique de caractérisation des matériaux

## Propriétés mécaniques des matériaux



# Technique de caractérisation des matériaux

## Propriétés électriques des matériaux



Conductivité électrique

# Technique de caractérisation des matériaux

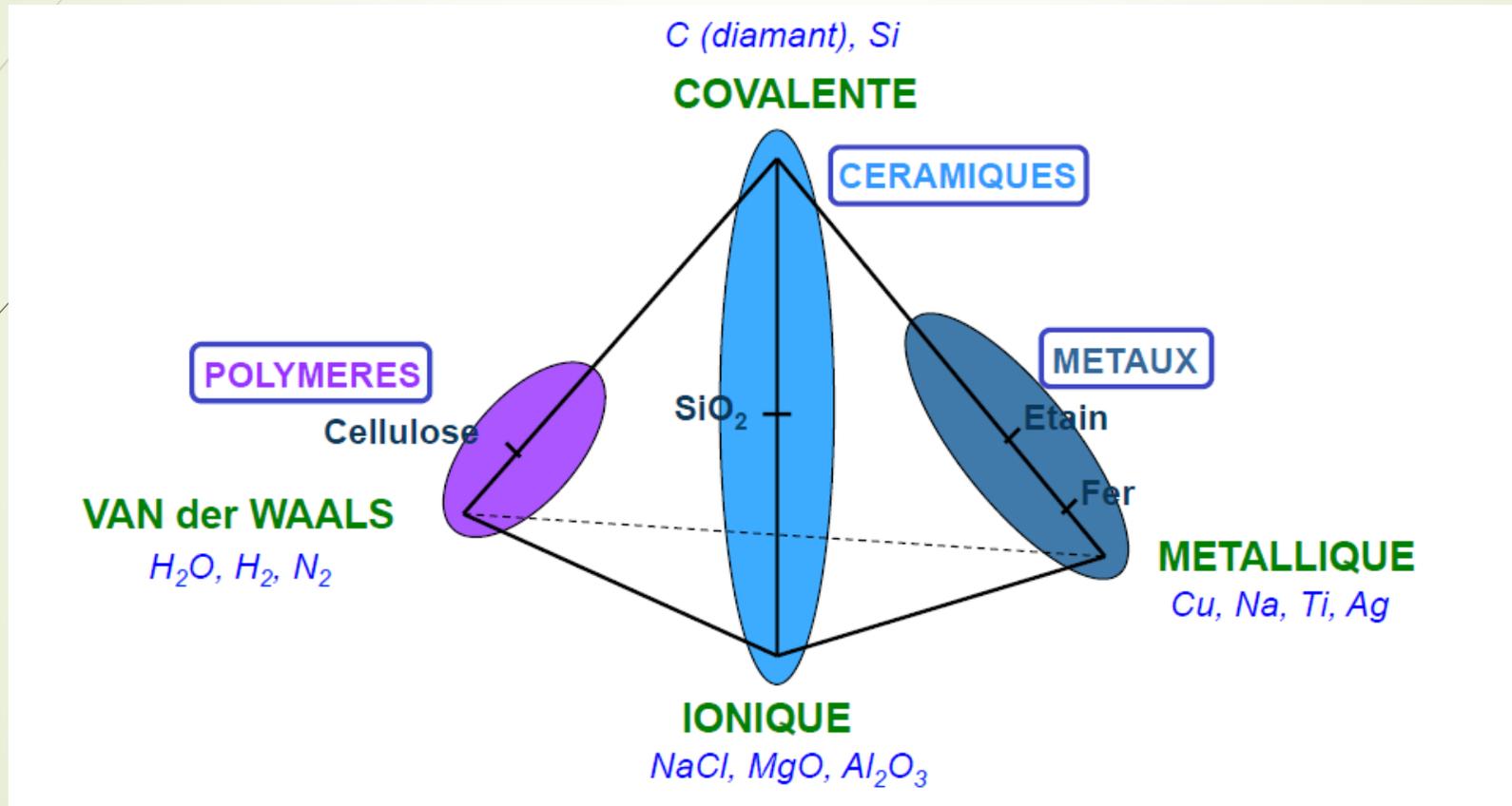
## Les liaisons dans les matériaux

*Les liaisons entre atomes et molécules régissent l'énergie de cohésion de la matière. Elles sont fonction de la nature des éléments constitutifs du matériau.*

| Type de liaison               | Exemple et énergie de liaison (eV/at)                                  | Nature de la liaison                            | Propriétés          |          |           |
|-------------------------------|--|---|---------------------|----------|-----------|
|                               |  |   | T <sub>fusion</sub> | $\sigma$ | ductilité |
| Covalente                     | Diamant (7,0)  | Electrons partagés et localisés                 | e                   | f        | f         |
| Ionique                       | NaCl (3,5)   | Echange d'électrons; attraction électrostatique | e                   | f        | f         |
| Métallique                    | Cuivre (3,5)<br>Titane (4,8)<br>Sodium (1,1)                           | Mise en commun d'électrons délocalisés          | m-e                 | m-e      | e         |
| Van der Waals, Pont hydrogène | Méthane CH <sub>4</sub> (0,1)<br>H <sub>2</sub> (0,01)<br>Polyéthylène | Attraction dipolaire                            | f                   | f        | m-f       |

# Technique de caractérisation des matériaux

## Les liaisons dans les matériaux

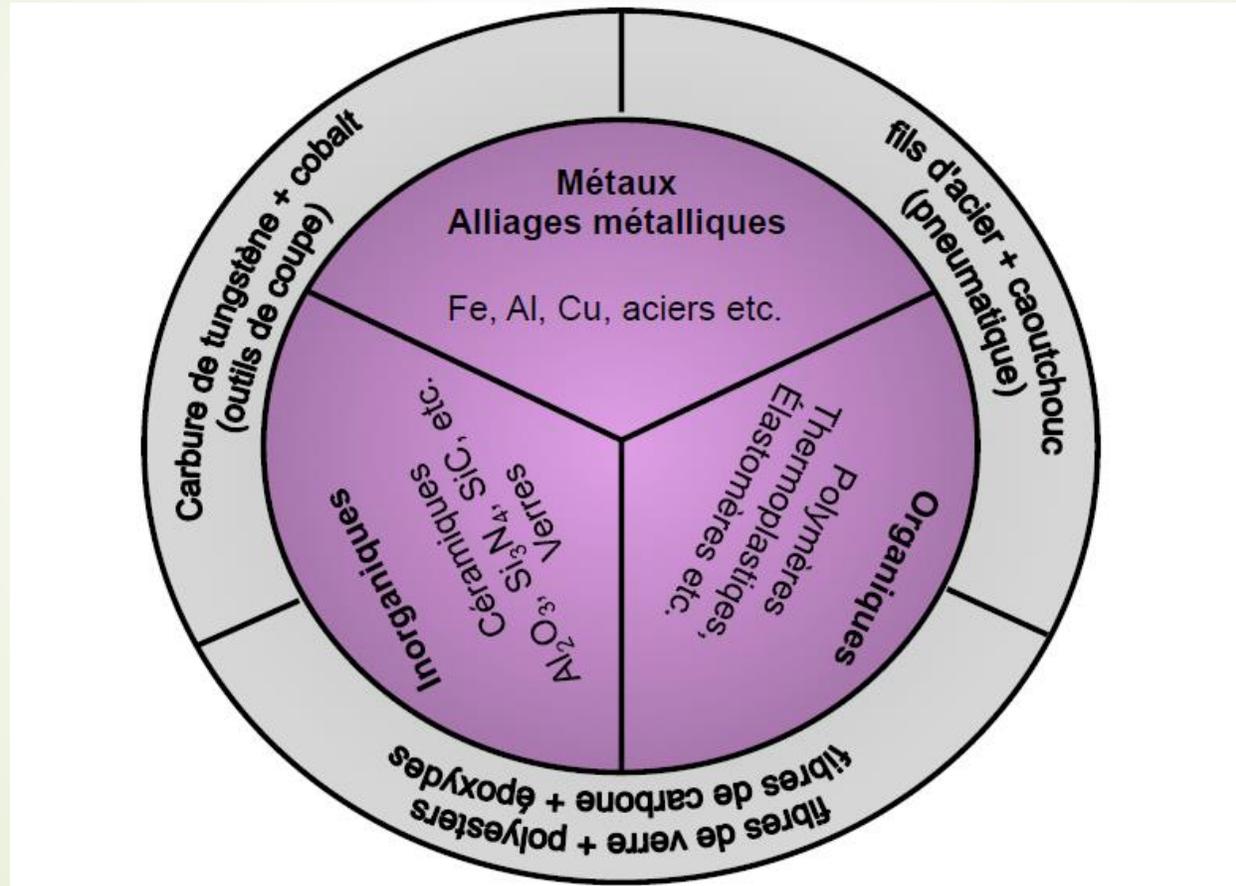


*Elles ont rarement un caractère parfaitement pur.*

*Elles vont permettre de définir les grandes classes de matériaux.*

# Technique de caractérisation des matériaux

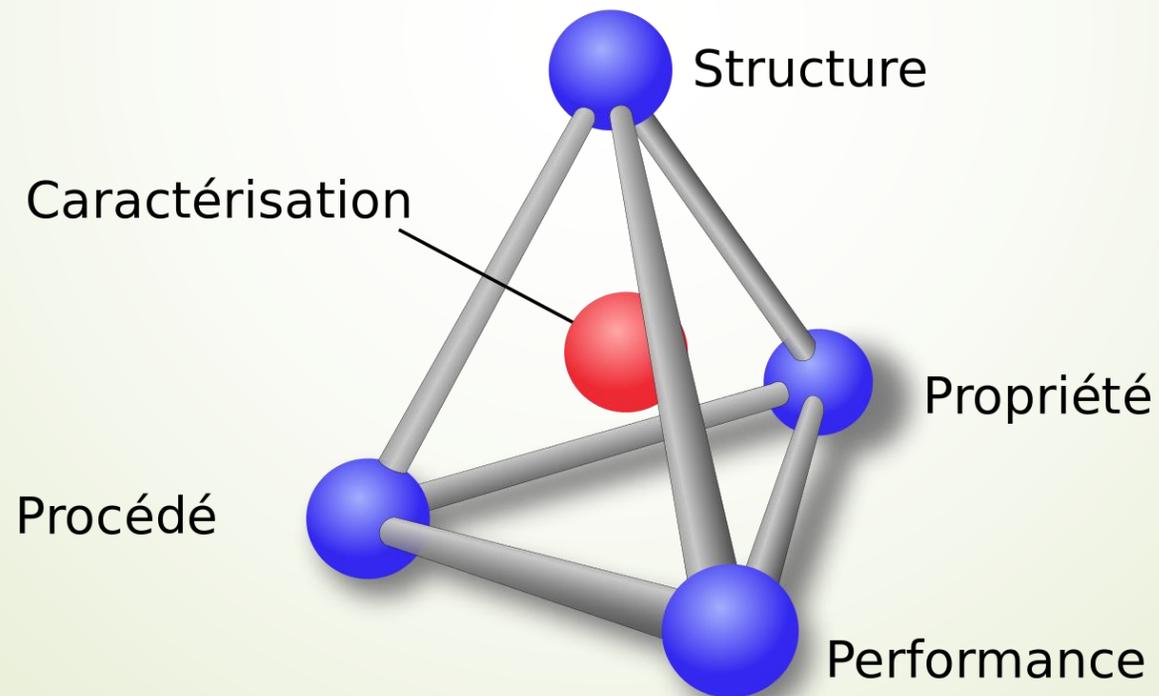
## Les matériaux combinés : les composites



*Un matériau composite est constitué d'au moins deux matériaux qui combinent de manière synergique leurs propriétés spécifiques*

# Technique de caractérisation des matériaux

La caractérisation d'un matériau consiste à en analyser les propriétés. De nombreuses techniques de caractérisation le permettent, qui reposent sur divers principes physiques de base : les interactions rayonnement-matière, la thermodynamique et la mécanique.



# Technique de caractérisation des matériaux

## Type de caractérisation:

- Analyses mécanique
- **Analyses physico-chimiques**
- Analyses thermique

# Technique de caractérisation des matériaux

## ○ Analyses physico-chimiques:

### Interaction rayonnement-matière

#### Microscopie :

- ➔ ❖ **microscopie électronique à balayage (MEB) : elle est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière,**
- ➔ ❖ **microscopie électronique en transmission (MET) : on bombarde d'un faisceau d'électrons un échantillon mince principalement pour en obtenir la figure de diffraction,**
- ❖ **microscope optique : la simple et traditionnelle observation à l'échelle microscopique,**
- ❖ **microscope ionique à effet de champ,**
- ❖ **microscope à effet tunnel,**
- ❖ **microscope à sonde locale,**
- ❖ **microscope à force atomique (AFM)**

# Technique de caractérisation des matériaux

## ○ Analyses physico-chimiques:

### Interaction rayonnement-matière

#### rayons X :

diffraction des rayons X, (DRX)

➔ analyse dispersive en énergie (EDS ou EDX),  
analyse dispersive en longueur d'onde (WDS ou WDX),

➔ fluorescence X, (FRX)

➔ spectrométrie photoélectronique X (XPS),

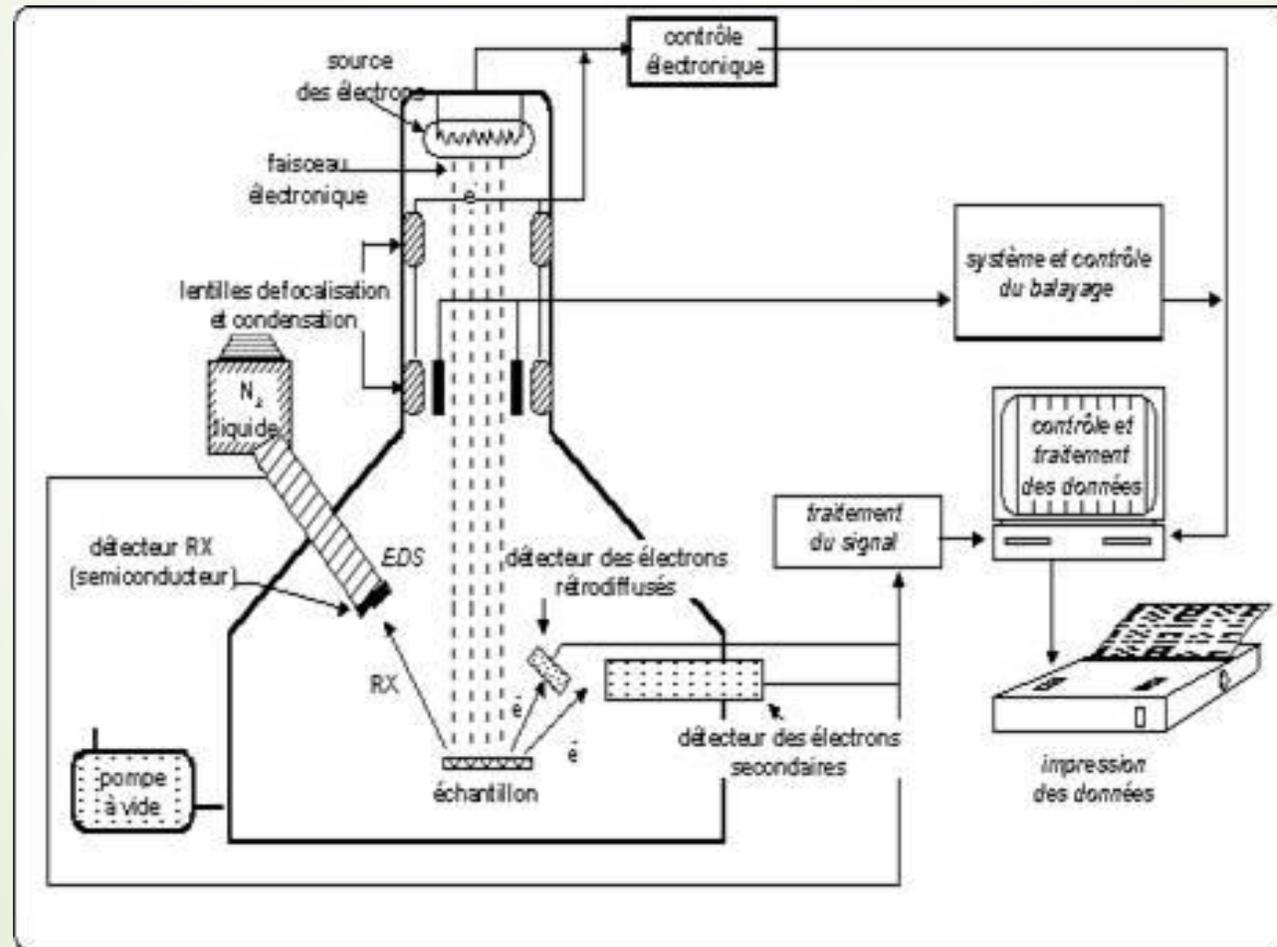
#### Autre analyses:

➔ Spectroscopie d'adsorption atomique (SAA)

➔ Analyse thermoluminisance

# Technique de caractérisation des matériaux

## LE Microscope électronique à balayage (MEB)



# Technique de caractérisation des matériaux

## LE Microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) ou Scanning Electron Microscopy (SEM) en anglais est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

S'appuyant sur les travaux de [Max Knoll](#) et [Manfred von Ardenne](#) dans les années 1930, la MEB consiste en un faisceau d'[électrons](#) balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Les travaux menés dans les années 1960 dans le laboratoire de [Charles Oatley](#) à l'[université de Cambridge](#) ont grandement contribué au développement de la MEB, et ont conduit en 1965 à la commercialisation par *Cambridge Instrument Co.* des premiers microscopes à balayage. Aujourd'hui, la microscopie électronique à balayage est utilisée dans des domaines allant de la [biologie](#) à la [science des matériaux](#), et un grand nombre de constructeurs proposent des appareils de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution se situe entre 0,4 [nanomètre](#) et 20 nanomètres.

# Technique de caractérisation des matériaux

## **Il est composé de :**

**1- D'un système de vide:** A cause du pouvoir d'interaction avec la matière, les électrons ne se propagent librement que dans le vide. Le Socle permet en effet de réaliser un vide de  $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  torr. Il est donc nécessaire, pour obtenir une image significative, que la colonne soit pompée par celui-ci sous des vides de l'ordre du milliardième de la pression atmosphérique.

**2-La Colonne et la chambre :** On trouve de haut en bas : le canon, l'ensemble des lentilles, le porte objet, et les divers détecteurs (adaptés aux différents besoins d'observation)

**3-Le canon** à électrons produit un faisceau d'électrons par effet thermoélectrique à partir d'un filament de tungstène porté à haute température. Le filament de tungstène est souvent remplacé par une pointe taillée dans un monocristal de LaB6 qui possède un meilleur rendement thermoélectronique.

### **4-Les lentilles**

\*Les 2 premiers condenseurs (souvent couplés) sont destinés à la mise en forme du Faisceau. Ils réduisent le diamètre de la source d'électrons (« cross over » du canon)

\*La lentille objectif (ou 3ème condenseur) focalise la sonde sur l'objet.

# Technique de caractérisation des matériaux

**5-Les détecteurs:** Système scintillateur-photomultiplicateur, qui détecte les électrons et permet de visualiser les images. Le MEB du CCMA est composé de trois détecteurs:

- i) Le détecteur d'électrons secondaires (LEI), situé dans la chambre du microscope.
- ii) Le détecteur d'électrons rétrodiffusés (YAG), lui aussi situé dans la chambre du microscope.
- iii) Un détecteur pouvant sélectionner les 2 types d'électrons (SEI), situé dans la colonne du microscope.

# Technique de caractérisation des matériaux

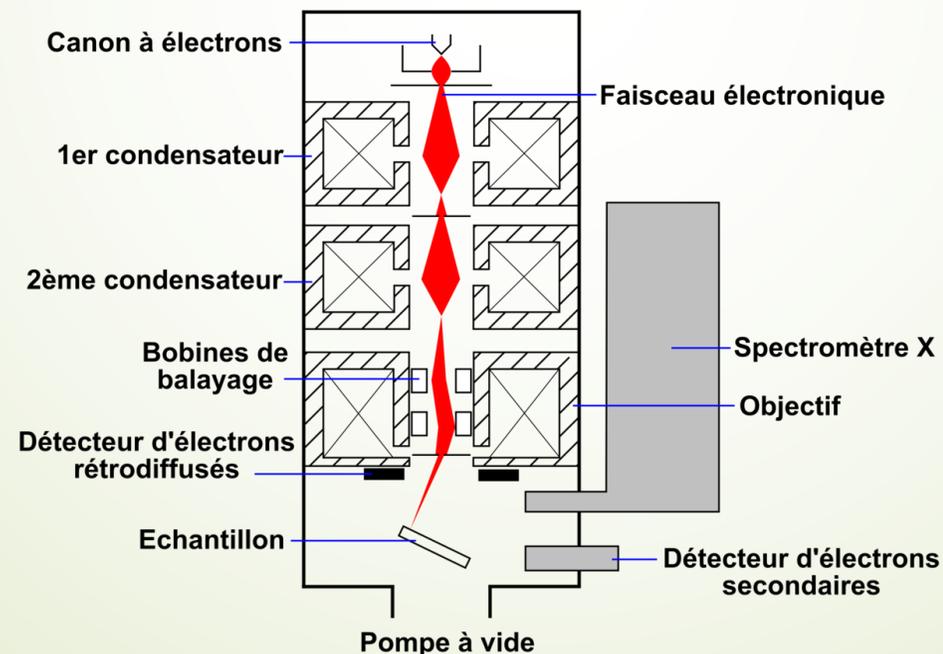
## Principe de fonctionnement de MEB:

une sonde électronique fine (faisceau d'électrons) est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

La sonde électronique fine est produite par un « canon à électrons » qui joue le rôle d'une source réduite par des « lentilles électroniques » qui jouent le même rôle vis-à-vis du faisceau d'électrons que des lentilles conventionnelles, *photoniques* dans un microscope optique. Des bobines disposées selon les deux axes perpendiculaires à l'axe du faisceau et parcourues par des courants synchronisés permettent de soumettre la sonde à un *balayage* du même type que celui d'un écran cathodique. Les lentilles électroniques, qui sont généralement des lentilles magnétiques et les bobines de balayage forment un ensemble que l'on appelle la *colonne électronique*.

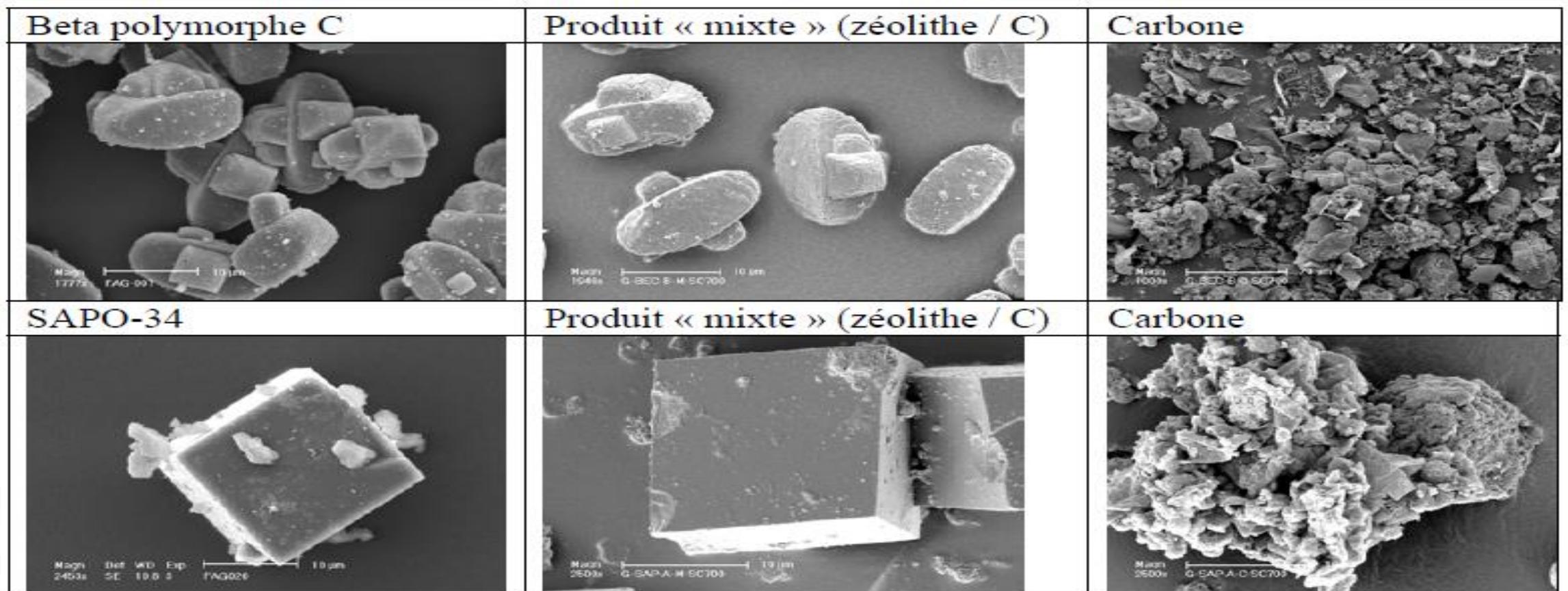
# Technique de caractérisation des matériaux

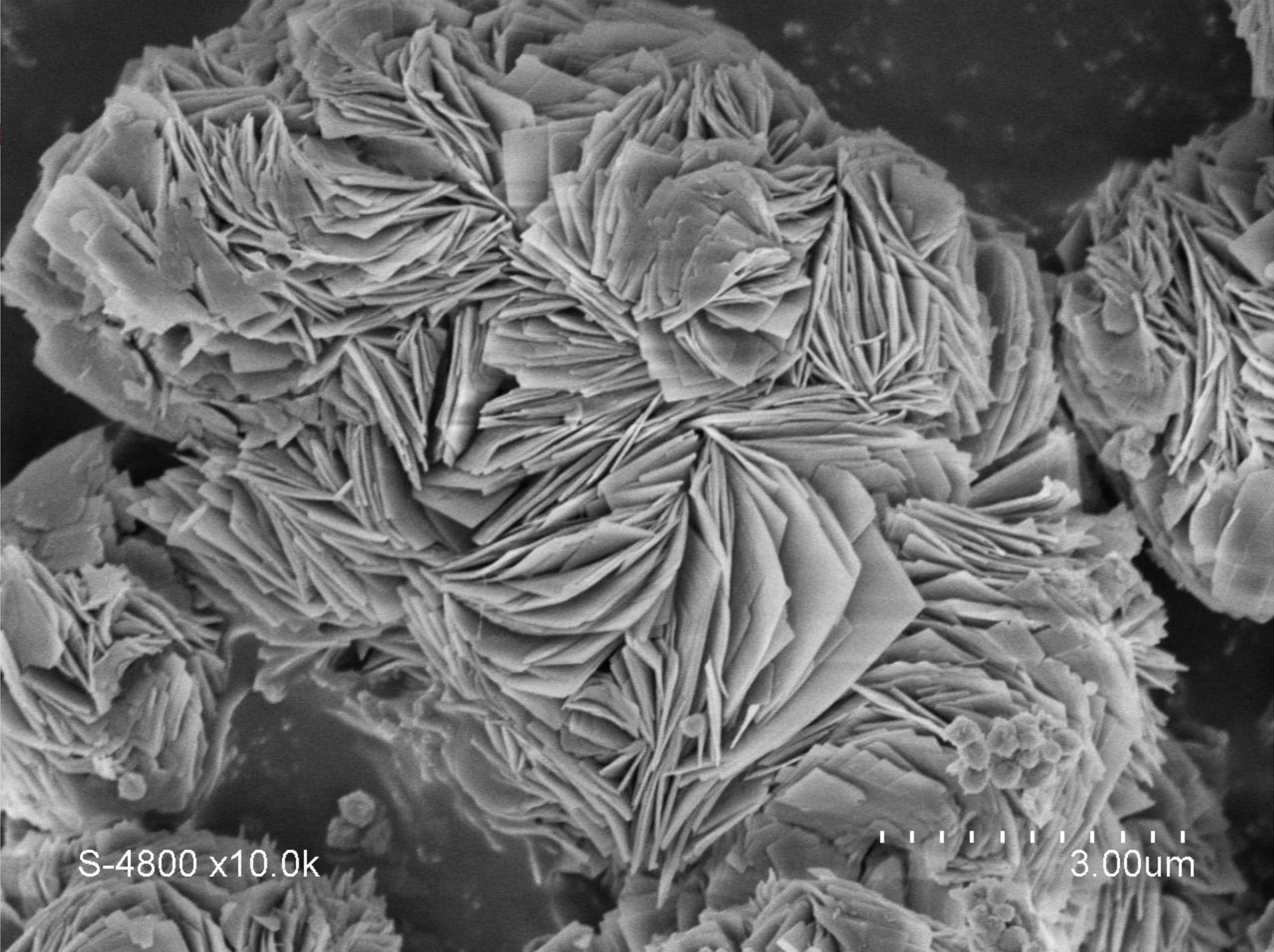
Dans les MEB modernes, la cartographie d'électrons secondaires est enregistrée sous forme numérique, mais le MEB a pu être développé dès le début des années 1960, bien avant la diffusion des moyens de stockage informatique, grâce à un procédé analogique qui consistait, comme sur le schéma de la figure, à synchroniser le balayage du faisceau d'un tube cathodique avec celui du MEB, en modulant l'intensité du tube par le signal secondaire. L'image de l'échantillon apparaissait alors sur l'écran phosphorescent du tube cathodique et pouvait être enregistrée sur une pellicule photographique.



# Technique de caractérisation des matériaux

Quelques image de MEB:

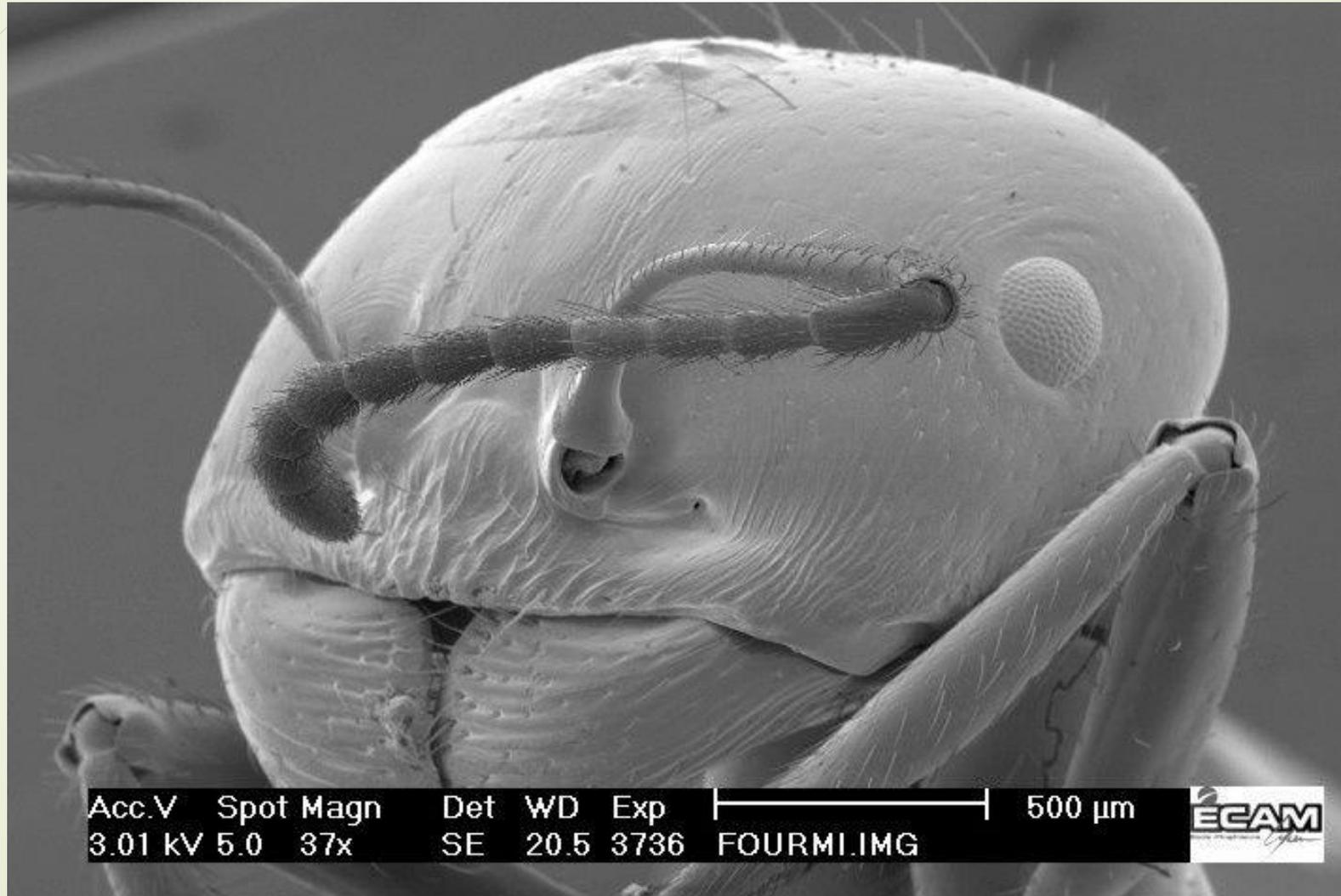




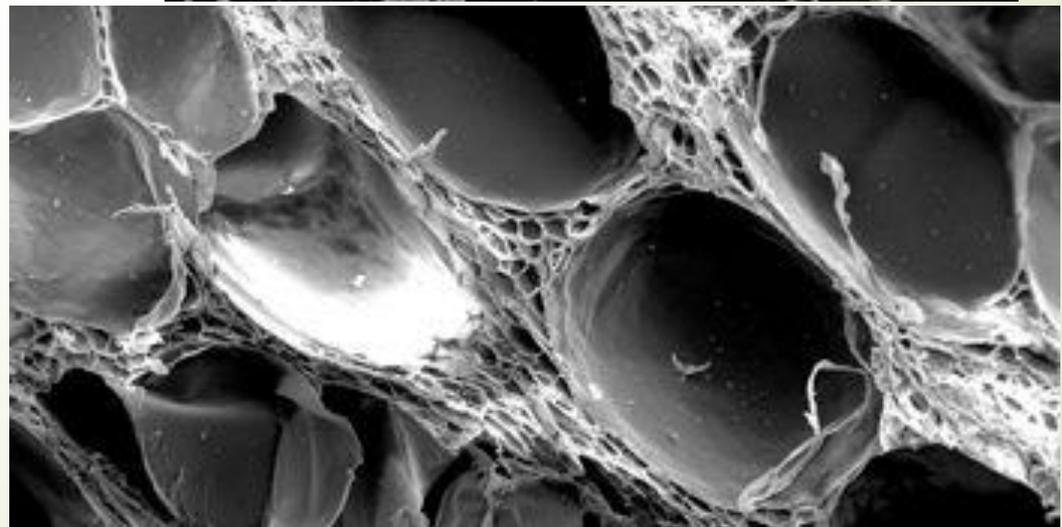
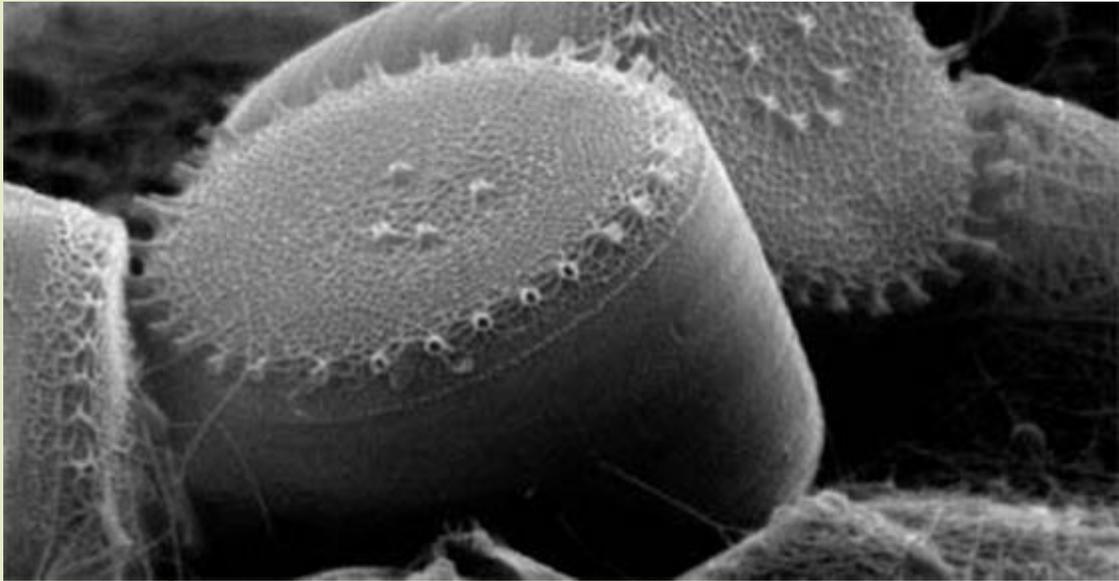
S-4800 x10.0k

3.00um

# Technique de caractérisation des matériaux



# Technique de caractérisation des matériaux





## Conditions pour l'observation d'échantillons par MEB:

Il faut que l'échantillon ne se dégrade pas au contact du faisceau électronique

Il ne faut pas qu'il subisse des transformations sous l'effet du faisceau :  
déshydratation, changement de phase cristalline.....



- ▶ Cas des argiles de structure feuilletée