

## Dossier d'évaluation d'une structure fédérative

### Vague A : Campagne d'évaluation 2014-2015

Le dossier comprendra de 10 à 50 pages en fonction de la taille de la structure fédérative. **35 pages**

### 1. Informations administratives

(dans la configuration prévue au 1<sup>er</sup> janvier 2016)

**Intitulé complet de la structure fédérative**  
Consortium Lyonno-stéphanois de Microscopie (CLYM)

#### Responsable

Note : le responsable sera renouvelé courant 2015 ou début 2016

M./M <sup>me</sup>	Nom	Prénom	Corps	Établissement d'enseignement supérieur d'affectation ou organisme d'appartenance
M.	EPICIER	Thierry	DR CNRS	CNRS

#### Type de demande

- Renouvellement  
 Restructuration  
 Création ex nihilo

En cas de renouvellement ou de restructuration, préciser les labels, n° et intitulés des structures en 2014 :  
FED4092, Centre Lyonnais de Microscopie (CLYM)

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

Établissement(s) d'enseignement supérieur et de recherche  Établissement : INSA de Lyon	organisme(s) de recherche  organisme : département ou commission de rattachement :
---	---

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

**Préciser le cas échéant le délégataire unique de gestion :**

#### Autres partenaires de la structure :

Établissement(s) d'enseignement supérieur et de recherche :  
 Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL)  
 Ecole Centrale de Lyon (ECL)  
 Ecole Normale Supérieure de Lyon (ENS-Lyon)  
 Université Jean Monnet de Saint-Etienne (UJM)  
 Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne (ENSMSE)  
 Ecole Nationale d'Ingénieurs de St-Etienne (ENISE)  
 Ecole de Chimie-Physique et d'Electronique (CPE)  
 COMUE Université de Lyon

Organisme(s) de recherche :  
CNRS

Entreprise(s) :  
NTN-SNR Anncy  
Constellium (Voreppe)  
Science & Surface (Ecully)

Autres :

## Classement thématique

### Domaine(s) scientifique(s)

Indiquer, en début de ligne, "P" pour le domaine scientifique principal, "S" pour le ou les domaine(s) scientifique(s) secondaire(s) éventuel(s).

- 1 Sciences humaines et sociales (SHS)
- 2 P Sciences et technologies (ST)
- 3 Sciences de la vie et de l'environnement (SVE)

### Sous-domaine(s) AERES (cf. nomenclature)

Indiquer, à gauche du sigle, "P" pour le domaine scientifique principal, "S" pour le ou les domaines scientifiques secondaires éventuels

### P ST Sciences et technologies

- ST1 Mathématiques
- S ST2 Physique
- S ST3 Sciences de la terre et de l'univers
- S ST4 Chimie
- P ST5 Sciences pour l'ingénieur
- S ST6 Sciences et technologies de l'information et de la communication

### SVE Sciences de la vie et de l'environnement

- SVE1 Biologie, santé
- SVE2 Agronomie, écologie, environnement

### Mots-clés

Libres : 1) Caractérisation Microstructurale, 2) Microscopies Electroniques, 3) tomographies, 4) AFM / STM, 5) Matériaux  
(5 maximum)

### SHS Sciences humaines et sociales

#### SHS1 Marchés et organisations

- SHS1\_1 Economie
- SHS1\_2 Finance, management

#### SHS2 Normes, institutions et comportements sociaux

- SHS2\_1 Droit
- SHS2\_2 Science politique
- SHS2\_3 Anthropologie et ethnologie
- SHS2\_4 Sociologie, démographie
- SHS2\_5 Sciences de l'information et de la communication

#### SHS3 Espace, environnement et sociétés

- SHS3\_1 Géographie
- SHS3\_2 Aménagement et urbanisme
- SHS3\_3 Architecture

#### SHS4 Esprit humain, langage, éducation

- SHS4\_1 Linguistique
- SHS4\_2 Psychologie
- SHS4\_3 Sciences de l'éducation
- SHS4\_4 Sciences et techniques des activités physiques et sportives

#### SHS5 Langues, textes, arts et cultures

- SHS5\_1 Langues / Littératures anciennes, françaises, littérature comparée
- SHS5\_2 Littératures et langues étrangères, civilisations, cultures et langues régionales
- SHS5\_3 Arts
- SHS5\_4 Philosophie, sciences des religions, théologie

#### SHS6 Mondes anciens et contemporains

- SHS6\_1 Histoire
- SHS6\_2 Histoire de l'art
- SHS6\_3 Archéologie



### Domaine applicatif, le cas échéant

Indiquer, en début de ligne, "P" pour le domaine principal, "S" pour le ou les domaine(s) applicatif(s) secondaire(s) éventuel(s).

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

**Coordonnées de la structure fédérative**

Localisation et établissement : **CLYM, Bât. Blaise Pascal, INSA de Lyon**  
 Numéro, voie : **3 av. Jean Capelle**  
 Boîte postale :  
 Code postal et ville : **69621 Villeurbanne Cedex**  
 Téléphone : **04 72 43 83 85**  
 Adresse électronique : [thierry.epicier@clym.fr](mailto:thierry.epicier@clym.fr)  
 Site web : [www.clym.fr](http://www.clym.fr)

**Unités membres de la structure fédérative au 1<sup>er</sup> janvier 2016**

Label et n°	Intitulé de l'unité	Responsable	Établissement de rattachement support	Domaine scientifique AERES principal (cf. nomenclature)	Unité porteuse / Unité associée (*)
Umr 5510	MATEIS : Matériaux, Ingénierie et Science	Jérôme CHEVALIER	INSA/UCBL/CNRS	8	Porteuse
Umr 5223	IMP : Ingénierie des Matériaux Polymères	P. CASSAGNAU	INSA/UCBL/UJM/CNRS	8	Associée
Umr 5259	LaMCoS : Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Solides	D. DURESSEIX	INSA/CNRS	8	Associée
Umr 5270	INL : Institut des Nanotechnologies	C. BRU-CHEVALLIER	INSA/ECL/UCBL/CPE/CNRS	9	Associée
Umr 5008	CETHIL : Centre de Thermique de Lyon	J. BONJOUR	INSA/UCBL/CNRS	8	Associée
Umr 5513	LTDS : Laboratoire de Tribologie et de Dynamique des Systèmes	D. MAZUYER	ECL/ENISE/CNRS	8	Associée
Umr 5256	IRCELYON : Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon	M. LACROIX	UCBL/CNRS	4	Associée
Umr 5615	LMI : Laboratoire des Multi-matériaux et Interfaces	C. BRYLINSKI	UCBL/CNRS	4	Associée
	CTμ : Centre Technologique des Microstructures	S. GAVARINI	UCBL-IPNL		Associée
Umr 5276	LGLTPE : Laboratoire de Géologie de Lyon	F. ALBAREDE	ENS/UCBL/CNRS	3	Associée
Umr 5307	LGF : Laboratoire Georges Friedel	A. FRACZKIEWICZ	ENMSE/CNRS	8	Associée
Umr 5306	ILM : Institut Lumière-Matière (fusion de LPCML, LPMCN et LASIM - 01/2013)	MF. JOUBERT	UCBL/CNRS	2	Associée
Umr 5516	LHC : Laboratoire Hubert Curien	F. PIGEON	UJM/CPE/CNRS	8	Associée

(\*) Unité porteuse : plus du tiers des ETP de l'unité intervient dans la structure fédérative

**Liste des personnels affectés en propre à la structure fédérative**

*Note : aucun personnel affecté en propre mais l'ensemble des personnes assumant des responsabilités ou des tâches techniques et administratives (à temps partiel, sur la base d'un volontariat en accord avec les laboratoires partenaires) représente environ 4 à 5 ETPs*

Nom	Prénom	H/F	Année naissance	Fonction au sein de la structure fédérative	Établissement ou organisme d'appartenance

**Surfaces recherche (en m<sup>2</sup> SHON\*) prévues spécifiquement pour la structure fédérative au 1er janvier 2016**
**Hors surfaces occupées par les unités de recherche membres de la structure**

Établissement(s) d'enseignement supérieur et/ou organisme(s) prenant en charge les coûts d'infrastructure « recherche » de la structure	Ventilation des surfaces SHON en m <sup>2</sup>
Établissement de rattachement support : <b>INSA (MATEIS, sous-sol du bâtiment Blaise Pascal)</b>	<b>403</b>
Établissement de rattachement : <b>CNRS (extension laboratoire IRCELYON)</b>	<b>92</b>
Établissement de rattachement :	
Organisme de recherche :	
Organisme de recherche :	
Autres (AP-HP, CHU, CHR, autre à préciser) :	
<b>TOTAL des surfaces</b>	<b>495</b>

\* 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 plateformes 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)**

**Réseau METSA : Microscopie Electronique en Transmission et Sonde Atomique, Infrastructure de Recherche (FR CNRS 3507)**

## 2. Dossier scientifique

Le dossier scientifique pourra être rédigé en français ou en anglais. Il sera précédé d'une « présentation synthétique de l'entité - Structure fédérative » (*Executive Summary*) dans les deux langues. Au cas où des experts non francophones seraient sollicités, l'AERES pourra demander au porteur de projet de transmettre le rapport en anglais.

### A. Présentation synthétique de l'entité - Structure fédérative

Le **CLYM** est une structure fédérative (FED4092, [www.clym.fr](http://www.clym.fr)) portée par l'INSA de Lyon, reconnue dans le cadre des contrats d'établissement 2007-2011, et reconduite après évaluation très positive par l'AERES sur la période 2011-2014 (<http://www.aeres-evaluation.fr/content/download/13840/230251/file/EVAL-0690192J-S2110044112-UR-RAPPORT.pdf>).

**CLYM** signifie **C**entre **L**yonnais de **M**icroscopie, mais nous proposons de le renommer **Consortium Lyono-Stéphanois de Microscopie** à l'occasion de la demande de renouvellement de son statut lors de la présente évaluation par le Haut Conseil de l'évaluation de la recherche et de l'enseignement supérieur (HCERES).

Cette fédération est le prolongement naturel d'un Groupement d'Intérêt Scientifique créé en janvier 1998, le **CLYME** (**C**onsortium **L**yonnais de **M**icroscopie **É**lectronique), qui 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 **CLYM** est un véritable centre de moyens qui regroupe, au 01/09/2013, 9 instruments, dont 5 instruments en propre et 4 'satellites' gérés par certains des laboratoires partenaires. De fait, **CLYM** est une plateforme partenaire de nombreuses structures de recherche lyonnaise : le labex Institut des Sciences et Technologies Multiéchelles (**IMUST**, [www.labeximust.org](http://www.labeximust.org)), la Fédération CNRS Institut de Chimie de Lyon (**ICL**, [www.iclyon.fr](http://www.iclyon.fr)), le laboratoire international *Engineering and Science Lyon-Tohoku Laboratory* (**ELyT-lab**, [www.elyt-lab.com](http://www.elyt-lab.com)), le *Collegium CNRS Ingénierie et Interfaces à Lyon* (**C2I@L**) et l'Institut Carnot Ingénierie AT Lyon (**I@L**, [www.ingenierie-at-lyon.org](http://www.ingenierie-at-lyon.org)).



Instruments du **CLYM** : METs JEOL 2010, 2010F, TOPCON, LEO912, AFM Veeco Dimension V, Microscope à balayage environnemental FEI XL30, Tomographe X Phoenix, FIB Zeiss NVision40, Ly-EiTEM TITAN FEI (les microscopes '100 %' **CLYM** sont soulignés).

C'est également un centre de compétences qui réussit parfaitement dans les 3 missions qui ont prévalu à sa création, à savoir :

- Gérer les microscopes au plan technique, administratif et scientifique pour le compte de la communauté scientifique constituée de ses partenaires au sein de la COMUE (Communauté d'Universités et Établissements) '**Université de Lyon**' (**UDL**, ex-PRES de Lyon – St-Etienne)
- Assurer la formation des utilisateurs aux plans pratique et théorique (cours et TP de *Master* et sessions d'actualisation scientifique et technique – actuellement : 2 stages cogérés par *CNRS Formation Entreprises*, des laboratoires membres et par le **CLYM**, dont le premier stage proposé en France sur l'outil '*FIB*')
- Développer des actions spécifiques de caractérisation en vue de développer des compétences d'excellence. Les personnels participant à la gestion du **CLYM**, enseignant-chercheurs et chargés de recherche, encadrent des doctorants sur des thèmes portant sur la compréhension et la modélisation en physique, chimie et ingénierie des nouvelles méthodes de caractérisation microstructurale.

## Executive Summary

**CLYM** is a Research Federation (FED4092, [www.clym.fr](http://www.clym.fr)) hold by INSA and recognized in the frame of the Establishments contract 2007-2011; it was very positively evaluated by the AERES agency over the period 2011-2014 (<http://www.aeres-evaluation.fr/content/download/13840/230251/file/EVAL-0690192J-S2110044112-UR-RAPPORT.pdf>).

**CLYM** means **Centre Lyonnais de Microscopie**, but it will be renamed as **Consortium Lyonnais-Stéphanois de Microscopie** for this renewal demand (present evaluation by the HCERES: High Council for the Evaluation of Research and Higher Education).

**CLYM** is the logical continuation of a previous structure created in January 1998 as a simple GIS: Group of Common Scientific Interest, **CLYME** (**Consortium Lyonnais de Microscopie Électronique**), which has unified during almost 10 years partners from the 5 main public Research and High Education establishments in Lyon: INSA, UCB, ECL, ENS, CNRS (ex-IRC, become IRCELYON) together with some partners from St-Etienne and from the industry. **CLYM** is a true operative microscopy platform with 9 instruments, among which 5 directly owned instruments and 4 'satellites' belonging to some of the partner labs. **CLYM** is involved in or associated with several research organisation in Lyon :the Labex 'Institut des Sciences et Technologies Multiéchelles' (**IMUST**, [www.labeximust.org/](http://www.labeximust.org/)), the CNRS Federation Institut de Chimie de Lyon (**ICL**, [www.iclyon.fr](http://www.iclyon.fr)), the International CNRS Lab. *Engineering and Science Lyon-Tohoku Laboratory* (**ELyT-lab**, [www.elyt-lab.com/](http://www.elyt-lab.com/)), the CNRS *Collegium Ingénierie et Interfaces à Lyon* (**C2I@L** et l'Institut Carnot Ingénierie AT Lyon (**I@L**, [www.ingenierie-at-lyon.org/](http://www.ingenierie-at-lyon.org/)).



**CLYM** Instruments: TEMs : JEOL 2010, 2010F, TOPCON, LEO912 ; AFM Veeco Dimension V, Environmental SEM FEI XL30, X-ray Tomograph Phoenix, FIB Zeiss NVision40, Environmental TEM Ly-EtTEM TITAN FEI (underlined: microscopes directly hold by CLYM).

**CLYM** develops an expertise serving the interest of 3 missions decided at its creation:

- Take care of microscopes from the technical, administrative and scientific point of view for the users' community of its partners within the perimeter of the **COMUE** (Community of Universities and Higher Education Centers) '**Université de Lyon**' (UDL, ex-PRES Lyon – St-Etienne)
- Insure the training of users, from both practical and theoretical points of view (including courses in *Master* cycle and professional training sessions - presently: two such sessions – label *CNRS Formation Entreprises*, among which the first proposed in France about the '*FIB*' -)
- Develop specific actions in terms of research for the characterization of materials with the aim of maintaining the excellence of its expertise. All permanent staff taking part of the **CLYM** organization supervise PhD students, students on various research topics developed by the **CLYM** members / labs, including physics, chemistry and engineering modeling and microstructural characterization.

## B. Rapport scientifique

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

Le rapport mentionnera les résultats marquants des cinq dernières années *résultant directement* de l'action de la structure fédérative. Il fournira aussi des éléments permettant d'apprécier la réalité et la qualité de l'animation scientifique, la réalité et le degré de mutualisation des moyens techniques et humains des unités, la valorisation, à l'échelle de la structure fédérative, des résultats de la recherche. Il discutera le cas échéant de sa complémentarité avec les autres structures fédératives présentes sur le site et de son insertion dans le paysage - régional, national, international - de la recherche.


On présentera le bilan de la répartition des crédits utilisés en 2012 et 2013. S'il y a lieu, on indiquera les gros équipements utilisés, en mentionnant ceux qui ont été acquis au cours des cinq dernières années. On précisera alors leurs financements ou cofinancements.

### 1. Continuité par rapport au projet scientifique précédent

#### 1.1. Rappel du bilan et des objectifs précédents

Le bilan du précédent rapport d'évaluation avait conduit à dégager 3 types d'objectifs pour la période concernée par la présente évaluation :

- 1) **Réalisation de l'acquisition 'METET'** prévu dans le projet d'équipements CLYM lancé dans le CPER 2007-2013
- 2) **L'optimisation des matériels récents** (ou la **mise en route de nouveaux équipements**)
- 3) La planification de futurs équipements

Dans cette partie Rapport Scientifique, nous allons insister sur le succès de l'opération 'METET', mais surtout développer le point 2) concernant l'utilisation, par les différents partenaires du CLYM, des moyens de microscopie mis à disposition par la Fédération. Le point 3) concernant les futurs équipements sera plus spécifiquement traité dans la **Partie C** de ce rapport (**Projet scientifique pour la période 2016-2020**). Chaque partie illustrée par des résultats de recherche mentionnera les publications<sup>1</sup> *accréditant spécifiquement* CLYM ; le pictogramme  sera utilisé pour mentionner les travaux en collaboration entre au moins 2 membres de la Fédération.

#### 1.2. Réalisation des objectifs antérieurs

##### 1.2.1. Microscope 'METET'

Le METET, pour Microscope Electronique en Transmission Environnemental et Tomographique, ou *EtTEM* (*Environmental Tomographic Transmission Electron Microscope*) est le second des instruments prévus dans le projet d'équipements validé pour le CLYM dans le cadre du programme CPER 2007-2013 en Rhône-Alpes, le premier étant un microscope *FIB* qui sera évoqué au **paragraphe 1.2.2**. Son profil a été défini au vu des verrous technologiques et scientifiques identifiés par les partenaires de la Fédération durant les années 2003 à 2006 : en bref, toutes études 'matériaux' dans les domaines de chimie, catalyse, énergie, environnement, transport, structure, céramiques, sciences de la terre, microélectronique, santé, nanotechnologie, ingénierie.

L'aspect Environnemental, qui consiste à pouvoir introduire un gaz dans le microscope, a été largement motivé par la 'réussite' de l'acquisition du Microscope à Balayage Environnemental (*ESEM : Environmental Scanning Electron Microscope*) installé au CLYM en 2003. S'agissant ici d'un microscope en transmission, l'intérêt était d'allier cette option environnementale à la résolution permis par la microscopie en transmission. Le développement d'une version commerciale par le constructeur FEI dès 2008 a conduit à la disponibilité de l'appareil avec un correcteur d'aberration rendant compatible la très haute résolution avec la pièce polaire où règne le vide dégradé pour le mode environnemental, et de qualité optique modeste compte-tenu des arrivées de gaz et de la spécificité environnementale. De fait, le 'gap' de la lentille objectif permettant de grandes inclinaisons des porte-objets, il paraissait naturel d'envisager de dédier également l'instrument à des études tridimensionnelles par tomographie dite 'tiltée' (le besoin de 3D étant également un verrou identifié par les partenaires, pour poursuivre suivre par exemple l'évolution morphologique de nanoparticules utilisées en catalyse). Ce point sera repris dans la **partie C : Projet scientifique pour la période 2016-2020**.

L'instrument a donc été acquis fin 2012 dans un contexte financier décrit au **paragraphe 3.2**. Il s'agit du modèle prévu, un microscope Titan ETEM 80-300 kV proposé par le constructeur FEI, pourvu d'un correcteur de Cs pour la lentille objectif, et équipé de turbopompes spécifiques pour le mode environnemental, d'un spectromètre de masse et d'un *plasma cleaner* incorporés et de 3 entrées de gaz avec vannes de réglages de précision pour ajuster la pression de gaz.

La réalisation de ce projet d'équipement nécessitait également de régler la question de son hébergement. Après avoir dû, courant 2009, abandonner la solution 'Cité Lyonnaise de l'Environnement et de l'Analyse' où l'Institut des Sciences Analytiques a été implanté en 2012 (inauguration fin 2013, voir <http://www2.cnrs.fr/presse/communiqu/3349.htm>), nous avons pensé pouvoir rejoindre un projet d'Institut des Matériaux, "LyonTech Matériaux" dans le cadre de l'opération Lyon cité Campus, à l'interface entre Chimie et Ingénierie. Il était prévu de regrouper diverses entités, dont une partie de laboratoires affiliés à l'INSA et l'UCBL, et le CLYM dans un espace de l'ordre de 600 m<sup>2</sup> en surface, qui jouxterait le bâtiment 'campus' de la plate-forme AXELOne, l'un des principaux outils des axes "procédés" et "matériaux" du pôle AXELERA. Ce projet ne s'est pas concrétisé pour des raisons indépendantes du CLYM. EN accord avec le CNRS, et dans le contexte fédératif du CLYM, il a alors été décidé de construire une extension spécifique au bâtiment Prêtre du laboratoire IRCELYON sis sur le 'mini-campus' de la Délégation Régionale Rhône-Auvergne du CNRS (DR7) sur le campus Lyon-Tech La Doua (**cf. figure 1**). Ce local dédié à l'*EtTEM* a donc été étudié, puis construit courant 2012 et a reçu le microscope qui a été livré en décembre 2012. Son installation s'est

<sup>1</sup> Par souci de concision, les communications à conférences ne seront pas citées.



déroulée courant 2013, et des accessoires analytiques complémentaires lui ont été adjoints en août 2013 (système d'analyse EDX fourni par la société Oxford Instruments) et en décembre 2013 (filtre en énergie fourni par la société Gatan).



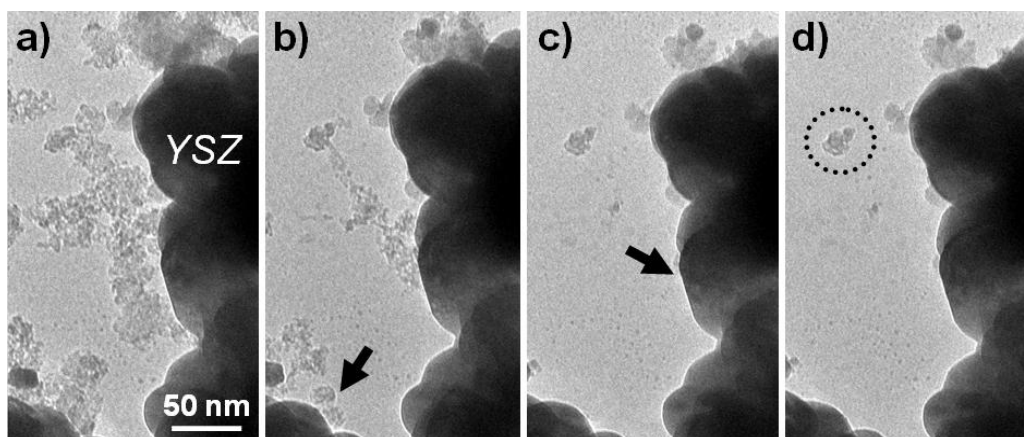
**Figure 1** : réalisation du projet CLYM EtTEM (CPER 2007-2013). En haut : Le bâtiment du CLYM en cours de construction (vu de l'extérieur) ; en bas : pièce du microscope et local attenant abritant les éléments techniques (climatisation, centrale de traitement d'air, refroidisseur, et onduleur ; photos © CLYM).

De nombreux travaux ont déjà été réalisés sur l'EtTEM, dont la plupart en cours de dépouillement et de rédaction.

Un premier exemple concerne l'étude *in situ* de la combustion des suies sur un catalyseur de zircone stabilisée YSZ réalisée en collaboration **IRCELYON – MATEIS** [T. EPICIER, M. AOUINE, E. OBEID, M. TSAMPAS, F. CADETE SANTOS AIRES, A. SERVE, K. PAJOT, P. VERNOUX, 'Investigations of soot combustion on Ytria-Stabilized Zirconia by environmental transmission electron microscopy', soumis à *Appl. Catal. A*, 2014].


Ce travail s'intègre dans un programme de recherche piloté par IRCELYON (P. VERNOUX et coll.) en lien avec le constructeur PSA sur les pots catalytiques, visant à réduire l'émission de nanoparticules dans les moteurs Diesel (voir par exemple G. Blanchard et al., Patent WO 2011098718 (A1) ; E. OBEID et al., *Journal of Catalysis*, 309 (2014) 87-96).


La **Figure 2** montre la combustion des suies au contact de la zircone ytriée (YSZ) sous 3 mbar d'oxygène. Les observations au microscope ont été réalisées à 80kV. La poudre est broyée puis dispersée à l'ultrason dans l'éthanol. Une goutte de la suspension est déposée sur une grille de cuivre avec un film mince de SiO<sub>2</sub> puis séchée. La grille est montée sur porte échantillon chauffant (Gatan 628-IN). Dans un premier temps, la grille a été chauffée jusqu'à 550 °C sous vide dans le microscope, la combustion de la suie n'a pas été observée. Ensuite, une faible pression partielle d'oxygène a été introduite progressivement jusqu'à 3 mbar à température élevée (550 °C). Dans ces conditions de pression partielle et de température, le processus de combustion de la suie a été observé. De nombreuses séquences vidéo ont été enregistrées à une résolution modérée d'environ 1 nm (voir figure). À 550 °C sous 3 mbar d'oxygène, il est mis en évidence que les particules de suie sont consommées à l'interface solide/solide. Ce résultat, confirme que les espèces oxygène d'YSZ massive sont plus réactifs pour oxyder la suie. A la fin de la combustion, il a été confirmé par l'imagerie de haute résolution que la surface de contact entre YSZ et les agglomérats de suie est restée inchangée.



**Figure 2** : images extraites d'une séquence vidéo enregistrée sous 3 mbar d'O<sub>2</sub> à 550 °C (EtTEM 80 kV, intervalle de temps 40"). Les flèches indiquent les points de contact Suies/YSZ et la disparition des suies. Le cercle en pointillé, montre que les suies qui ne sont pas au contact d'YSZ ne sont pas oxydées.

En complément, nous listons ici les publications parues, qui dans la plupart des cas mettent en jeu des collaborations entre divers partenaires du CLYM.

 E. COTTANCIN, C. LANGLOIS, J. LERMÉ, M. BROYER, M.A. LEBEAULT, M. PELLARIN, 'Plasmon spectroscopy of small indium-silver clusters: monitoring the indium shell oxidation', *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 16 (2014) 5763 (Collaboration **ILM – MATEIS**).

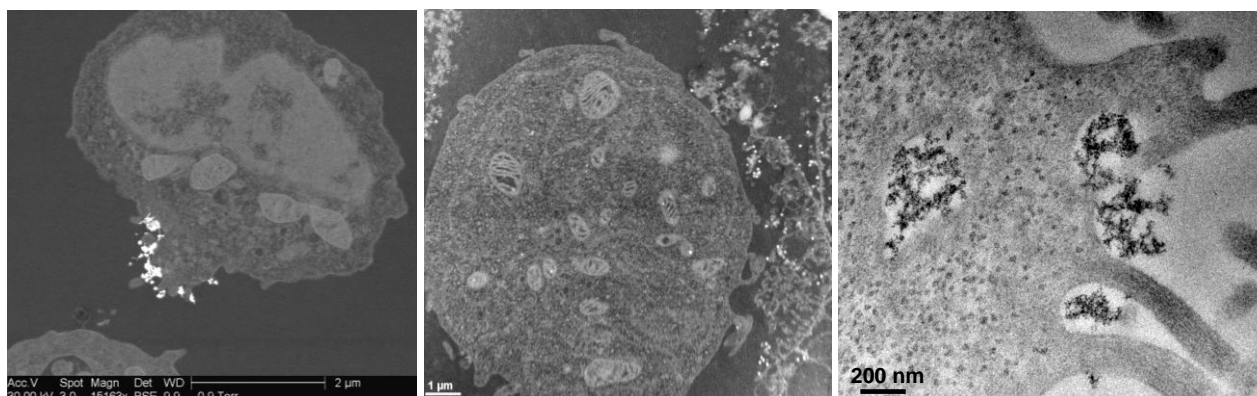
 G. BOULON, G. ALOMBERT-GOGET, Y. GUYOT, M. GUZIK, T. EPICIER, N.P. BLANCHARD, L. CHEN, L. HU, W. CHEN, 'Conjugation of TEM-EDX and optical spectroscopy tools for the localization of Yb<sup>3+</sup>, Er<sup>3+</sup> and Co<sup>2+</sup> dopants in a laser glass ceramics composed of MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel nano-crystals embedded in SiO<sub>2</sub> glass', *J. of Materials Chemistry C.*, accepted (2014), DOI : 10.1039/x0xx00000x (Collaboration **ILM – MATEIS**).

A. FILLON, X. SAUVAGE, B. LAURENCE, C. SINCLAIR, M. PEREZ, A. WECK, E. CANTERGIANI, T. EPICIER, C.P. SCOTT, 'On the direct nucleation and growth of ferrite and cementite without austenite', accepté dans *Scripta Met.* (2014), manuscript SMM-14-1604R1.

### 1.2.2. Optimisation des matériels récents : le microscope électronique à balayage environnementale **ESEM**

#### 1.2.2.a) Développements méthodologiques

Un premier sujet concernant la microscopie électronique à balayage environnementale (équipement **ESEM**: *Environmental Scanning Electron Microscope* du CLYM) a porté sur l'optimisation de nanoparticules (NPs) hybrides multifonctionnelles pour le diagnostic médical et la thérapie de tumeurs. Un des intérêts du microscope est qu'il dispose d'un mode d'imagerie en transmission, ce qui permet l'observation d'objets immergés dans un milieu liquide (mode dit '*Wet-STEM*') [Bogner A. et al., *Ultramicroscopy* 104 (2005) 290-301] développé par le laboratoire **MATEIS** dans le cadre de son activité au CLYM). Ce mode a été mis à profit dans la concrétisation d'un projet de recherche développé par l'**ILM** (sa composante **LPCML** antérieure à la constitution de ce nouvel Institut Lumière-Matière né de la fusion du LASIM - umr5579, du **LPCML** - umr5620 et du **LPCMN** - umr5586 en 2013) et **MATEIS**. Une thèse (M. Wael RIMA) proposée sur ce sujet a été financée par la Région Rhône-Alpes et conduite en collaboration avec le **CIS** (Centre Ingénierie et Santé) de l'Ecole des Mines de St-Etienne (ENMSE) ; elle s'est attachée à étudier de manière approfondie l'internalisation de nanoparticules dans des cellules animales. 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. Les NPs à base d'oxyde de Gadolinium sont des bons candidats dans le cas des carcinomes squameux de la tête et du cou (cellules SQ2B), du fait d'un effet radio-sensibilisant avéré, même à faible dose. La caractérisation par Microscopie Électronique (**ESEM**, **TEM** et *Energy-Filtered TEM*, notamment au CLYM) s'est avérée précieuse pour étudier d'une part la structure et l'architecture des NPs et/ou des nano-systèmes hybrides (typiquement de type *core-shell*), et d'autre part l'interaction entre les cellules et les NPs après incubation convenable (cf. illustration **Figure 3**).



**Figure 3** : étude de l'internalisation de NPs dans des cellules par microscopie électronique. A gauche : imagerie **ESEM** en mode basse pression à 0.9 Torr de lymphocytes exposées à des NPs d'or ('points blancs') ; au milieu : Imagerie **TEM** (**STEM-HAADF** à 100 kV) de lymphocytes exposés à des NPs *core-shell* SiO<sub>2</sub>@Au ('points blancs') ; dans ces 2 premiers cas, les cellules 'intégrées' n'internalisent quasiment pas de particules qui endommagent le tissu biologique. A droite : prémices de la macropinosome de NPs Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en noir (**TEM** - champ clair -) : les amas de NPs sont 'encerclés' par des filaments issus de la cellule (lamellipodia) ; l'internalisation dans le cytoplasme (vésicules typiques de macropinosome) s'opère par pinocytose : absorption des NPs externes au sein de la cellule (extraits en partie de la thèse de W. RIMA, (2012)).

Cette organisation en réseau a permis de couvrir un vaste champ d'études, depuis la conception et la synthèse de ces nanoparticules jusqu'aux tests cliniques sur des petits animaux. Sur la période considérée par la présente évaluation, les résultats ont notamment permis la publication de 6 brevets et de 45 articles dans des revues internationales à comité de lecture et à fort facteur d'impact, dont une partie est liée à l'utilisation du microscope **ESEM** et du microscope en transmission 2010F du CLYM (voir Rapport HCERES des laboratoires **MATEIS** et **ILM** pour de plus amples détails ; à titre indicatif (les publications associent toutes des membres des partenaires CLYM ILM et MATEIS, et/ou du CIS - entre autres -) :

W. RIMA, thèse, INSA de Lyon (2012).

MILADI I., DUC G.L., KRYZA D., BERNIARD A., MOWAT P., ROUX S., TALEB J., BONAZZA P., PERRIAT P., LUX F., TILLEMENT O., BILLOTEY C., JANIER M. 'Biodistribution of ultra small gadolinium-based nanoparticles as theranostic agent: Application to brain tumors', *Journal of Biomaterials Applications* 2013, Volume 28(3), pp. 385-394.

MORLIERAS J., DUFORT S., SANCEY L., TRUILLET C., MIGNOT A., ROSSETT F., DENTAMARO M., LAURENT S., VANDER ELST L., MULLER R.N., ANTOINE R., DUGOURD P., ROUX S., PERRIAT P., LUX F., COLL J.-L., TILLEMENT O. 'Functionalization of small rigid platforms with cyclic RGD peptides for targeting tumors overexpressing  $\alpha\beta 3$ -integrins', *Bioconjugate Chemistry* 2013, Volume 24 (9), pp. 1584-1597.

RIMA W., SANCEY L., ALOY M.-T., ARMANDY E., ALCANTARA G.B., EPICIER T., MALCHERE A., JOLY-POTTUZ L., MOWAT P., LUX F., TILLEMENT O., BURDIN B., RIVOIRE A., BOULE C., ANSELME-BERTRAND I., POURCHEZ J., COTTIER M., ROUX S., RODRIGUEZ-LAFRASSE C., PERRIAT P., 'Internalization pathways into cancer cells of gadolinium-based radio sensitizing nanoparticles'. *Biomaterials* 2013, Volume 34 (1), pp181-195.

G. LE DUC, I. MILAD, C. ALRIC, P. MOWAT, E. BRÄUER-KRISCH, A. BOUCHET, E. KHALIL, C. BILLOTEY, M. JANIER, F. LUX, T. EPICIER, P. PERRIAT, S. ROUX, O. TILLEMENT, "Towards an Image-Guided Microbeam Radiation Therapy Using Gd-Based Nanoparticles", *ACS Nano*, 5 12 (2011) 9566.

LECLERC L., RIMA W., BOUDARD D., POURCHEZ J., FOREST V., BIN V., MOWAT P., PERRIAT P., TILLEMENT O., GROSSEAU P., BERNACHE-ASSOLLANT D., COTTIER M. 'Size of submicrometric and nanometric particles affect cellular uptake and biological activity of macrophages in vitro', *Inhalation Toxicology* 2012, Volume 24 (9) pp 580-588.

MOWAT P., MIGNOT A., RIMA W., LUX F., TILLEMENT O., ROULIN C., DUTREIX M., BECHET D., HUGER S., HUMBERT L., BARBERI-HEYOB M., ALOY M.T., ARMANDY E., RODRIGUEZ-LAFRASSE C., LE DUC G., ROUX S., PERRIAT P. 'In vitro radiosensitizing effects of ultrasmall gadolinium based particles on tumour cells', *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 2011, volume 11(9) 7833-7839.

Un second sujet concerne les approches 3D dans l'ESEM. Grâce au détecteur d'électrons transmis, on peut travailler en mode STEM comme précédemment mentionné, et ainsi réaliser des séries d'images à différentes inclinaisons pour reconstruire le volume de l'objet. L'intérêt de cette 'tomographie tiltée' classiquement réalisée aujourd'hui dans un TEM est que les contraintes géométriques de limitation de 'tilt' sont bien moins sévères dans un SEM que dans un TEM.

Cette approche a été développée dans le cadre d'une thèse soutenue au laboratoire **MATEIS** (P. JORNSANO, (2011)) et a donné lieu à différentes publications :

P. JORNSANO, thèse, INSA de Lyon, (2011).

JORNSANO P., THOLLET G., FERREIRA J., MASENELLI-VARLOT K., GAUTHIER C., BOGNER A., 'Electron tomography combining ESEM and STEM: a new 3D imaging technique', *Ultramicroscopy* 111 (2011) 1247-1254.

Y.LIU, thèse, INSA de Lyon, (2013).

K. MASENELLI-VARLOT, A. MALCHERE, J. FERREIRA, H. HEIDARI MEZERJI, S. BALS, C. MESSAOUDI, S. MARCO, 'Wet-stem tomography: principles, potentialities and limitations', *Microscopy and Microanalysis*, 20 (2014), 366-375, <http://dx.doi.org/10.1017/S1431927614000105>.

La dernière référence ci-dessus introduit une perspective de développement qui sera reprise dans le projet à venir (cf. **partie C : Projet scientifique pour la période 2016-2020**) : celle de coupler le mode environnemental (humide ou gazeux) à l'approche tomographique, et ce grâce aux 2 microscopes environnementaux ESEM et EtEM du CLYM.

Un troisième sujet concerne le développement d'une mini-machine de traction haute température pour essais de déformation in situ dans l'ESEM (**MATEIS + LaMCoS** ).

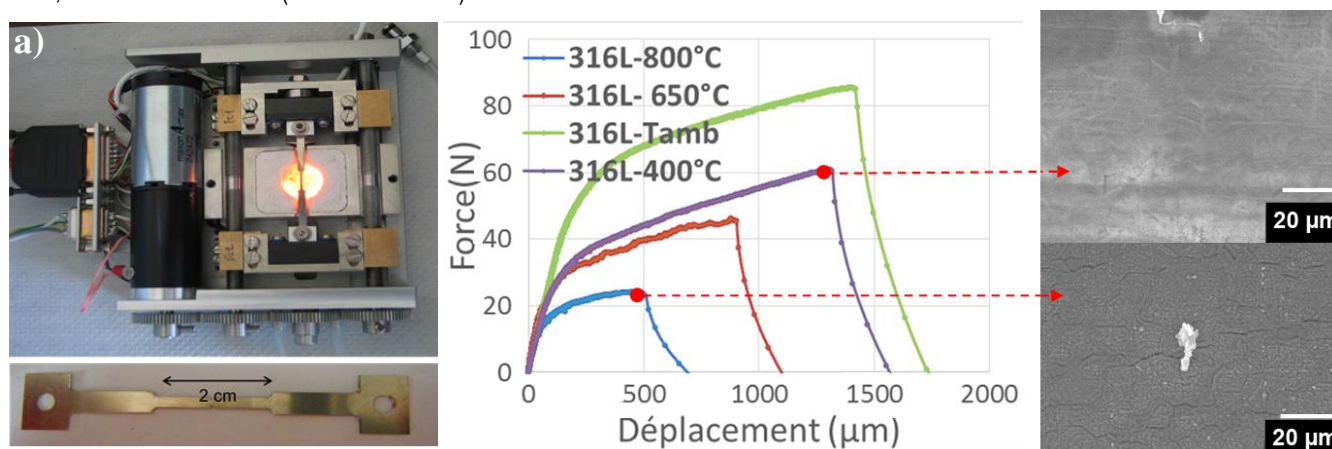
La dynamique des surfaces avancées en service est de première importance dans des domaines stratégiques comme la mécanique, les transports, la santé, l'énergie... Depuis de nombreuses années, nous nous sommes focalisés en particulier sur la dégradation des outils de coupe revêtus de couches céramiques (TiN, CrN, TiSiN...) soumis à des efforts de natures tribologique et physico-chimique. Ces essais inédits d'oxydation *in situ* suivis en temps réel, transformant la chambre du MEB utilisé en mode environnemental en réacteur chimique, ont en particulier marqué la communauté de la couche mince dure (A. MEGE-REVIL et al., *Surface and Coatings Technology* 204 6-7 (2009), 893-90 ; MEGE-REVIL A., STEYER P., CARDINAL S., THOLLET G., ESNOUF C., JACQUOT P., STAUDER B., 'Correlation between thermal fatigue and thermomechanical properties during the oxidation of multilayered TiSiN nanocomposite coatings synthesized by a hybrid physical/chemical vapour deposition process', *Thin Solid Films* 21 518 (2010), 5932-5937). Parallèlement, des mesures de déformabilité de la surface ont été également conduites au moyen d'une mini-machine de traction opérant sous vide et à température ambiante.

Notre intention était de déterminer, à petite échelle, les relations de synergie qui lient réactivité de la surface à haute température d'une part, et déformation de celle-ci d'autre part. Il est apparu rapidement qu'une telle approche microscopique des phénomènes de déformation à

chaud nécessitait la conception d'un dispositif dédié, adapté spécifiquement au microscope à balayage environnemental *ESEM* du CLYM (FEI XL30). Pour ce projet, un **Bonus Qualité Recherche** a été accordé par l'INSA de Lyon en 2011 pour développer une platine de traction chauffante opérationnelle dans le microscope à balayage, puis un post-doctorant (Emilie CALVIE, ANR Chameleon) s'est fixé de tester les capacités de cette platine finalisée sur diverses éprouvettes.

La platine finalement obtenue (**Figure 4**), peut soumettre l'éprouvette à une sollicitation en traction maximale de 500 N, et à une température maximale de 900°C, tout en étant baignée dans une atmosphère oxydante. La résolution en imagerie à 20°C est de l'ordre du micromètre, mais s'améliore rapidement à haute température (100nm dès 400°C avec 1.6 Torr d'H<sub>2</sub>O dans la chambre). La chauffe contrôlée de l'éprouvette se fait sur sa partie centrale, zone dont la microstructure de surface est précisément suivie par des prises d'images successives, tout au long de l'asservissement en force (ou en déplacement, ou en vitesse de traction).

Les premiers essais couplant traction, chauffage et atmosphère oxydante ont pu se dérouler cette année (**Figure 4**). Ceux-ci attestent bien, comme attendu, de la sévérité de la sollicitation cumulée avec un effet thermique très marqué enregistré sur les courbes efforts-déformation. Le prochain objectif est de développer l'approche quantitative sur ces essais, en faisant intervenir un traitement par corrélation d'images, qui va nous permettre de déduire les déformations vraies, les champs de déformation, puis enfin de traiter de manière quantitative la déformation hétérogène (cas de revêtements sur substrat). Cette étape a d'ores et déjà été initiée grâce à l'aide d'un autre partenaire du CLYM, le **LaMCoS** de l'INSA (Julien RETHORE).

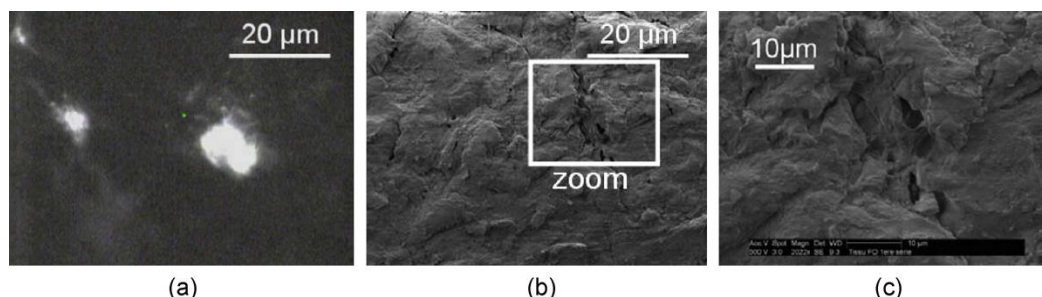


**Figure 4** : (à gauche) photo de la platine de micro-traction, accompagnée du design de l'éprouvette pré-entaillée ; (au milieu) Courbes force-déplacement enregistrées sur un acier inoxydable 316L soumis à différentes températures et (à droite) microstructures observées in-situ, lors du test en traction, à 400°C et 800°C.

### 1.2.2.b) Applications 'Matériaux'

Au-delà des développements méthodologiques précédents, l'*ESEM* a été essentiellement utilisé par les partenaires du CLYM pour développer des études 'matériaux' en mode environnemental. Celles-ci sont résumées dans les lignes suivantes.

Dans le domaine de la catalyse (**IRCELYON**), une étude significative a porté sur la caractérisation d'un nouveau textile photocatalytique pour la dépollution de l'air (cf. illustration **figure 5**). Ce travail a été réalisé dans le cadre de la thèse de P. A. BOURGEOIS, primé pour le meilleur poster à EUROPACAT en 2009, lauréat du prix Théophile Legrand de l'innovation textile en 2012, et dont les travaux ont conduit à l'obtention du prix innovation de l'ANR écotextologie en 2014 (PHOTEX). Le microscope *ESEM* XL30 (FEI) a permis d'étudier la qualité du dépôt de dioxyde de titane sur le textile et de mettre en évidence que la fixation de ce composé était fonction de la nature des fils textile utilisés. De plus, cette étude a permis de corrélérer la quantité de TiO<sub>2</sub> et l'irradiance absorbée, donc l'efficacité du textile. Nous avons également pu comprendre comment la lumière était émise à travers le textile (zone de dispersion et zone d'absorption du rayonnement UV) d'où l'efficacité en dégradation (**BOURGEOIS P.A., PUZENAT E., PERUCHON L., SIMONET F., CHEVALIER D., DEFLIN E., BROCHIER C., GUILLARD C.**, 'Characterization of a new photocatalytic textile for formaldehyde removal from indoor air', *Applied Catalysis B: Environmental* 128 (2012) 171–178).



**Figure 5** : surface du textile après traitement (a : microscopie optique, b : même zone en microscopie électronique, c : zoom de b).

D'autres travaux liés à l'*ESEM* et conduits par le partenaire **IRCELYON** sont listés ci-dessous :

PIGEOT-REMY S., LAZZARONI J.C., SIMONET F., PETINGA P., VALLET C., PETIT P., VIALLE P.J., ET GUILLARD C., 'Survival of bioaerosols in HVAC system photocatalytic filters', *Applied Catalysis B-Environmental*, **144**, 654-664, (2014).

PIGEOT-REMY S., REAL P., SIMONET F., HERNANDEZ C., VALLET C., LAZZARONI J. C., VACHER S., ET GUILLARD C., 'Inactivation of *Aspergillus niger* spores from indoor air by photocatalytic filters', *Applied Catalysis B-Environmental*, **134**, 167-173, (2013).

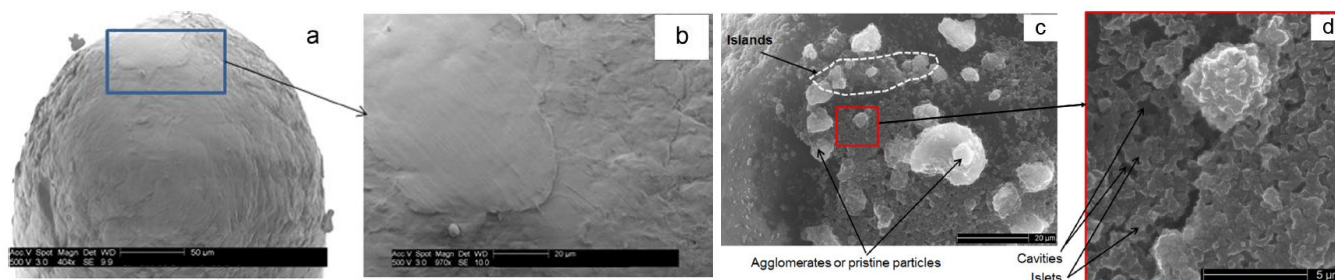
PIGEOT-REMY S., SIMONET F., ATLAN D., LAZZARONI J.C., ET GUILLARD C., 'Bactericidal efficiency and mode of action: A comparative study of photochemistry and photocatalysis', *Water Research*, **46** (10), 3208-3218 (2012)..

PIGEOT-REMY S., SIMONET F., ERRAZURIZ-CERDA E., LAZZARONI J.C., ATLAN D., ET GUILLARD C., 'Photocatalysis and disinfection of water: Identification of potential bacterial targets', *Applied Catalysis B-Environmental*, **104** (3-4), 390-398, (2011).

BOURGEOIS P-A., PUZENAT E., PERUCHON L., SIMONET F., CHEVALIER D., DEFLIN E., BROCHIER C., ETL GUILLARD C., 'Characterization of a new photocatalytic textile for formaldehyde removal from indoor air', *Applied Catalysis B: Environmental*, **128**, 171-178, (2012).

SANTAELLA , C, ALLAINMAT B, SIMONET F, CHANEAC C, LABILLE J, AUFFAN M, ET AL, 'Aged TiO<sub>2</sub>-Based Nanocomposite Used in Sunscreens Produces Singlet Oxygen under Long-Wave UV and Sensitizes *Escherichia coli* to Cadmium', *Environmental Science & Technology*, **48** 9 (2014), 5245-53.

Dans le domaine de la tribologie (laboratoire **LaMCoS**), l'*ESEM* a également été mis à profit pour caractériser les suspensions complexes formées dans des contacts lubrifiés où des particules solides formées in-situ dans un contact ou apportées de l'environnement extérieur se mélangent au liquide lubrifiant. Ces mélanges formés dans le contact sont l'objet d'études permanentes mais restent encore mal caractérisés, et leur formation ou leurs propriétés encore moins bien comprises, car ils peuvent présenter des propriétés surprenantes qui ne sont pour le moment pas prédictibles par les modèles disponibles. C'est le cas par exemple du mélange huile-particules d'usure dans le cas du contact roue-rail (S. Descartes et al., *Wear* **258** (2005) 1081) ou des silices bucco-dentaires (S. DESCARTES, L. COURTIEUX, Y. BERTHIER, F. PEDITTO, 'Tribological study of Oral Care silica', 40<sup>th</sup> Leeds-Lyon Symposium on Tribology - *Tribo-Lyon 2013*, F. (2013) [hal-00938534 - version 1], cf. **Figure 5**). Pour analyser ces suspensions particulières dans leur état natif le microscope *ESEM* est indispensable.



**Figure 5** : images *ESEM* de la surface d'un poil de brosse à dent après un essai de frottement (brossage) avec un mélange de silices abrasives et de fluide. L'organisation particulière des particules fait pressentir un autre mécanisme que l'abrasion, la lubrification fractionnée, pour détacher en douceur la plaque dentaire (tiré de S. DESCARTES et al., (2013), **LaMCoS**).

### 1.2.3. Mise en route de nouveaux équipements : le FIB

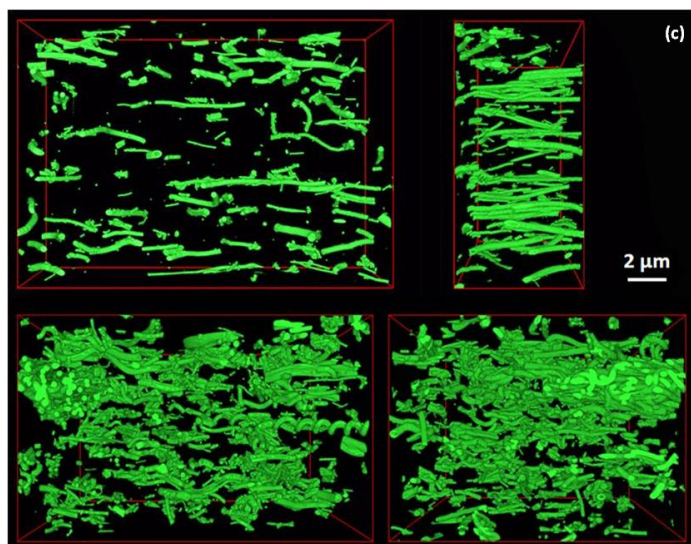
Le *FIB* est un microscope électronique à balayage (MEB) couplé à une colonne ionique délivrant un faisceau d'ions focalisés (*Focused Ion Beam*) permettant à la base d'usiner la matière à l'échelle nanométrique et sous contrôle du MEB. Equipé d'accessoires complémentaires (analytiques *EBS*D et *EDX*, injecteurs de gaz, dispositif de balayage externe – *FIBICS*® -), le *FIB* *NVision40* (ZEISS) acquis par le CLYM fin 2009 est un 'nano-laboratoire' ouvert à de multiples utilisations. Nous allons illustrer quelques-unes des applications développées par les différents partenaires du CLYM, dans l'esprit des 'levées de verrous' ambitionnées lors du dépôt du projet CPER ayant conduit à l'acquisition de cet instrument.

Au travers du grand nombre de publications communes associant plusieurs laboratoires partenaires du CLYM (2 entités le plus souvent, mais parfois 3), on identifie clairement l'effet structurant de tels instruments mutualisés dans un contexte d'une utilisation partagée au sein de la Fédération CLYM, et le but recherché de dynamiser la recherche des membres à l'aide d'instruments performants est ici pleinement atteint. La même conclusion s'applique au cas du microscope *ESEM* présenté au paragraphe précédent §. 1.2.2), et sera certainement applicable dans l'utilisation futur du dernier équipement acquis, le microscope *EtTEM* (voir **partie C : Projet scientifique pour la période 2016-2020**).

#### 1.2.3.a) LMI

Une des utilisations principales du *FIB* par l'ensemble des partenaires s'avère être la caractérisation 3D, ou tomographique, de la microstructure des matériaux. Une telle approche permet, outre une vision tridimensionnelle de la microstructure de matériaux hétérogène à une échelle sub-micronique, de réelles approches quantitatives pour mesurer ces microstructures. Ainsi, le travail conduit par le **LMI** en

collaboration avec **MATEIS** grâce à l'outil *FIB* a-t-il permis de quantifier la distribution de charges nanométriques dans des nanocomposites polymères étudiés pour leurs propriétés d'électrostriction et magnéto-électriques (cf. **figure 6**) [V. SALLES, T. FIORIDO, J. GALINEAU, L. SEVEYRAT, F. BELHORA, P.J. COTITNET, L. HU, Y. LIU, B. GUIFFARD, A. BOGNER-VAN DE MOORTELE, T. EPICIER, D. GUYOMAR, A. BRIOUDE, "Bifunctional Organic/Inorganic Nanocomposites for Actuators and Magnetic Sensors Applications", *Sensors and Actuators A: Physical*, **211** (2014), 105-114 (collaboration **MATEIS**).



**Figure 6** : microstructures 3D de composites polyuréthane avec 2.5 et 5 % (respectivement ligne du haut et ligne du bas) pondéral de filaments de  $\text{Fe}_3\text{C}$  ; la qualité de la distribution des charges (homogénéité, isotropie) a ainsi pu être évaluée, ce que ne permet pas l'observation standard de des surfaces par MEB (tiré de V. SALLES et al., (2014), LMI-MATEIS).

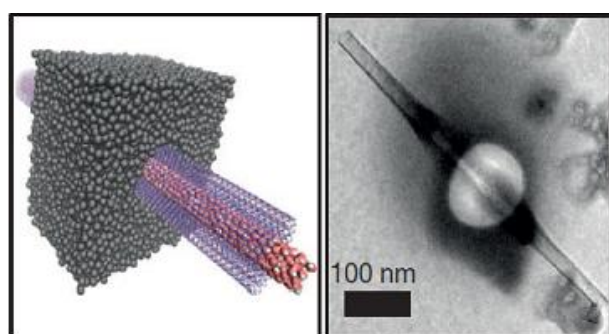
### 1.2.3.b) ILM

Les possibilités du *FIB* en matière de nano-usinage peuvent être parfaitement illustrées par les activités du laboratoire ILM, qui utilise le microscope principalement pour la réalisation de systèmes nanofluidiques, et en particulier la réalisation de nanopores au travers de membrane de nitrure de silicium, de graphène et/ou d'or. Les premiers travaux, nécessitant l'utilisation du *FIB* NVision du CLYM, donnant lieu à la publication d'un article dans la revue *Nanoletters*, consistaient en la réalisation d'un nanopore dont le diamètre était compris entre 50 nm et 250 nm dans une membrane de SiN de 50 nm d'épaisseur (CHOONGYEOP LEE, LAURENT JOLY, ALESSANDRO SIRIA, ANNE-LAURE BIANCE, RÉMY FULCRAND, AND LYDÉRIC BOCQUET, 'Large Apparent Electric Size of Solid-State Nanopores Due to Spatially Extended Surface Conduction', *Nanoletters* **12** 8 (2012) 4037-4044). Cette publication a ensuite permis de participer à la rédaction d'un chapitre dans un ouvrage publié chez Springer (R. FULCRAND, N. P. BLANCHARD, A.-L. BIANCE, A. SIRIA, P. PONCHARAL, L. BOCQUET, 'FIB design for nanofluidic application', book chapter un 'FIB nanostructures' dans *lecture notes in nanoscale science and technology*, (2013), Springer, editor Zhiming M. Wang, ISBN 978-3-319-02873-6) : ce chapitre s'intéresse à l'utilisation du *FIB* pour la nanofluidique. L'utilisation du *FIB* comme brique de base pour la réalisation d'un système nanofluidique constitué d'un nanotube unique (cf. **figure 7**) a ensuite donné lieu à une publication dans la revue *Nature* (A. SIRIA, P. PONCHARAL, A.L. BIANCE, R. FULCRAND, X. BLASE, S.T. PURCELL, L. BOCQUET, 'Giant osmotic energy conversion measured on a single transmembrane boron-nitride nanotube', *Nature*, **494** (2013) 455-458).

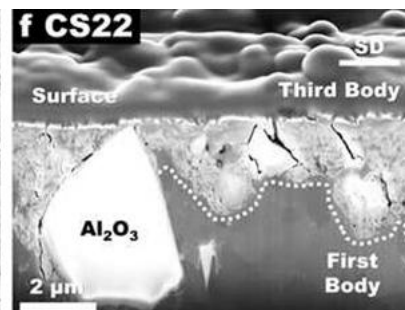
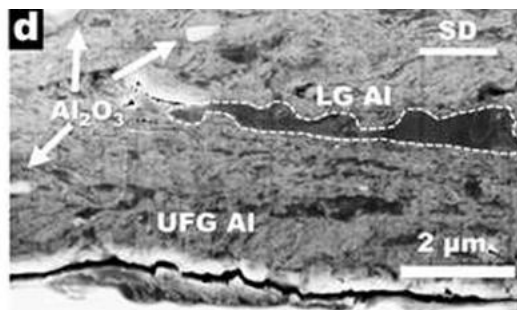
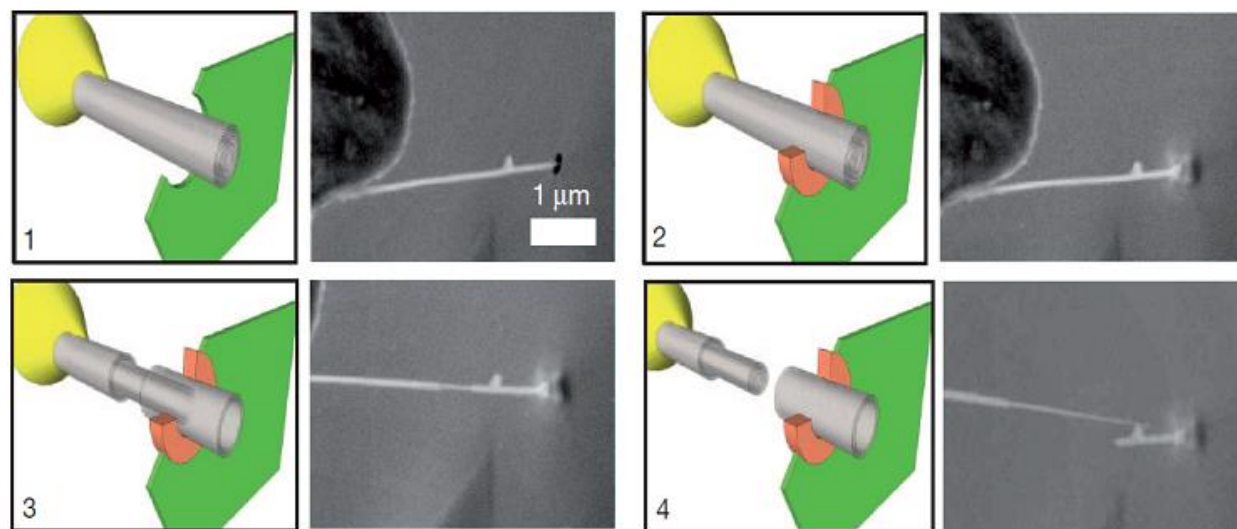
L'implémentation du *FIB* NVision du CLYM avec le module **FIBICS** nous a ensuite permis de réaliser des réseaux de nanopores dans des membranes de SiN ; un article sur ces travaux est publié dans la revue *Physics Of Fluids* (A. GADALETA, C. SEMPERE, S. GRAVELLE, A. SIRIA, R. FULCRAND, C. YBERT, L. BOCQUET, 'Sub-additive ionic transport in arrays of solid-state nanopores', *Physics of Fluids* **26** (2014) 012005). De nombreux travaux sont actuellement en cours. Ils consistent par exemple en la réalisation de nano-antennes, par usinage ionique, comme composants pour l'optique quantique intégrée telle que la transmission d'information, des transistors à photons ou pour des applications en cryptographie quantique. Nous utilisons également le *FIB* et ses micromanipulateurs pour le transfert de nanotubes de carbone individuels dans des cellules à enclumes de diamant pour l'étude sous haute pression de l'évolution de leurs propriétés physiques.

### 1.2.3.c) LaMCoS

Sous sollicitations tribologiques (pression et cisaillement élevés), les matériaux solides sont soumis à des hyper-déformations (déformation équivalente  $>10$ ). Pour étudier les microstructures ainsi formées, plusieurs moyens de caractérisation sont mis en œuvre, dont le *FIB* permettant d'étudier les microstructures et les dégradations 'sub-surfaces' des contacts. La **figure 8** illustre ainsi une étude microstructurale et tribologique de dépôts composites à matrice d'aluminium déposés par projection à froid [J. M. SHOCKLEY, S. DESCARTES, E. IRISSOU, J.-G. LEGOUX, R.R. CHROMIK, 'Third body behavior during dry sliding of cold sprayed Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites: In situ tribometry and microanalysis', *Tribology Letters*, 2014], qui a fait l'objet d'une thèse en codirection INSA-LaMCoS (France) et l'université de McGill (QC, Canada).



**Figure 7:** Hierarchical single nanotube nanofluidic set-up. a, In situ nanomanipulation of a BNNT (left, sketch; right, scanning electron microscope (SEM) images): 1, insertion of a BNNT (grey) through a nanopore drilled in a SiN membrane (green) using a focused ion beam (FIB); 2, carbon sealing of the FIB-drilled hole using local electron-beam-induced deposition (orange); 3, telescopic retraction of internal walls of the BNNT; 4, finalized transmembrane BNNT device. b, Top, schematic of the experimental set-up for measuring fluid transport through the single BNNT. Bottom, sketch of the final transmembrane BNNT for nanofluidic measurements (left) and its experimental realization, imaged by transmission electron microscopy (TEM) (right) (d'après A. SIRIA et al., *Nature*, 494 (2013) 455).

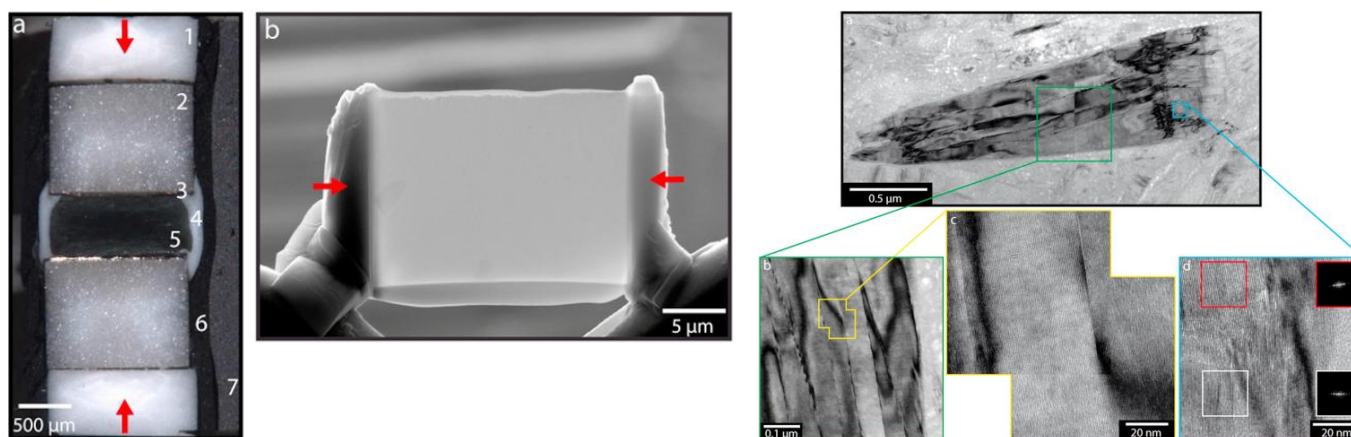


**Figure 8 :** illustration de l'intérêt du FIB dans une problématique de tribologie : des analyses ex situ en surface et en coupe des pistes de frottement indiquent que la présence de particules d'alumine dans la matrice aluminium permet tout d'abord une localisation de la déformation en peau du matériau, ce qui conduit à la production d'une interface avec une microstructure submicronique uniforme. Cette interface (ou troisième corps) protège ensuite la matrice d'aluminium et donc limite l'usure.

#### 1.2.3.d) LGLTPE

Au sortir de l'évaluation précédente, le laboratoire de Géologie de Lyon (ex-LST : Laboratoire des Sciences de la Terre) entendait principalement utiliser le microscope *FIB* pour ses capacités de 'découpe' et d'usinage, et ainsi appliquer cet outil de préparation aux minéraux en Science de la Terre. Plusieurs études ont ainsi pu être réalisées en particulier sur des phyllosilicates pour des observations MET ou des analyses d'orientation cristallographique en *EBSD*.

Les phyllosilicates comme la serpentine ont une résistance mécanique faible qui peut contribuer à l'apparition de phénomènes majeurs comme la tectonique des plaques spécifiques à la planète Terre. Pour ces matériaux, les mécanismes actifs à différentes échelles nécessitent une observation allant du nanomètre à plusieurs microns (**Figure 9**). Il a donc fallu développer le savoir-faire pour passer de la taille classiquement obtenue (2-3 microns) à des lames minces couvrant jusqu'à une dizaine de microns, et expliquer ainsi leur comportement rhéologique très particulier par rapport aux autres silicates terrestres majeurs (AMIGUET, E., REYNARD, B., CARACAS, R., VAN DE MOORTELE, B., HILAIRET, N. & WANG, Y., 2012. Creep of phyllosilicates at the onset of plate tectonics. *Earth and Planetary Science Letters*, 345-348, (2012) 142-150 ; AMIGUET, E., VAN DE MOORTELE, B., CORDIER, P., HILAIRET, N. & REYNARD, B., Deformation mechanisms and rheology of serpentines in experiments and in nature. *Journal of Geophysical Research*, 119, (2014), doi:10.1002/2013JB010791).



**Figure 9** : à gauche : a) échantillon déformé en presse haute pression; b) lame mince MET préparée par FIB. A droite: a) image MET conventionnelle et b) c) d) détails à haute résolution.

Comme pour les lames minces MET, les phyllosilicates requièrent une préparation particulière pour la mesure en *EBSD* (déformations liées au polissage en surface). Un protocole efficace a été mis au point (VAN DE MOORTELE, B., BEZACIER, L., TRULLENQUE, G. & REYNARD, *Electron back-scattering diffraction (EBSD) measurements of antigorite lattice-preferred orientations (LPO)*. *Journal of Microscopy-Oxford*, **239**, (2010) 245-248) et les orientations préférentielles obtenues ont été utilisées pour interpréter des propriétés sismiques et comprendre la déformation dans les zones de subduction (BEZACIER, L., REYNARD, B., BASS, J.D., SANCHEZ-VALLE, C. & VAN DE MOORTELE, B.V., *Elasticity of antigorite, seismic detection of serpentinites, and anisotropy in subduction zones*. *Earth and Planetary Science Letters*, **289**, (2010) 198-208) où se génèrent les séismes les plus importants (e. g. Tohoku 11/3/2011). Ces travaux au *FIB* ont également été profitables dans le cadre d'une thèse (Hélène PILORGE, en cours) et d'un post-doc (Lucile BEZACIER, post-doc ESRF) sur la période considérée.

Parallèlement à son utilisation propre, **LGL** a collaboré avec le laboratoire **MATEIS** pour le déroulement de la thèse de M. Hui YUAN centrée sur l'utilisation du *FIB* en Sciences des Matériaux. Ce sujet a démarré en 2010 dans le cadre d'un Doctorat de Mécénat d'Entreprise au travers d'un financement partiel apporté par la société ZEISS qui a fourni le microscope. La thèse se termine ; elle a pris un peu de retard du fait d'ennuis techniques constatés au *FIB* mais un certain nombre d'avancées ont pu être obtenues. En premier lieu, il a pu être montré que l'alignement des images successives obtenues lors d'approches en tomographie *FIB*-SEM (on acquiert en SEM des micrographies en 'épluchant' le volume par abrasion régulière) pouvait s'avérer délicate, et une méthodologie spécifique a ainsi été développée (H. YUAN, B. VAN DE MOORTELE, T. EPICIER, *About the accuracy of post-mortem alignment methods in FIB/SEM nano-tomography*, *Proceed. IMC 2014*, (18<sup>th</sup> International Microscopy Conference), Prague, Czech Rep., 7-12 August 2014, ISBN 978-80-260-6720-7]. D'autre part, une nouvelle approche basée sur le contraste 'ionique' (émission électronique induit par les effets de canaïsation lors d'illumination des matériaux par le faisceau d'ions) est en cours de développement pour compléter les cartographies d'orientation en *EBSD* (collaboration avec **MATEIS**, **ILM** et **INL**) (C. LANGLOIS, H. YUAN, T. DOUILLARD, B. VAN DE MOORTELE, A. DESCAMPS-MANDINE, N.P. BLANCHARD, T. EPICIER, *Channeling contrast imaging: an alternative to EBSD for orientation mapping in a SEM?*, *Proceed. IMC 2014*, (18<sup>th</sup> International Microscopy Conference), Prague, Czech Rep., 7-12 August 2014, ISBN 978-80-260-6720-7). Le *FIB* reste un outil complexe et délicat à mettre en œuvre ; Ces activités ont par ailleurs largement contribué à développer l'expertise des collègues de **MATEIS**, **ILM**, **LGL** et **INL** constituant l'Equipe-Microscope du *FIB* depuis l'arrivée de l'instrument et permettent à ce jour d'envisager sereinement de nombreuses études sur de matériaux complexes (multi-matériaux, matériaux fragiles sous les faisceaux ionique et/ou électronique, comme des polymères par exemple – voir §.1.2.3a) et 1.2.3.e) notamment) du fait de l'expérience accumulée.

### 1.2.3.e) MATEIS

A l'instar des autres partenaires du CLYM (§.1.2.3a) à d)), **MATEIS** s'est beaucoup investi sur le *FIB*, au travers de la thèse précédemment mentionnée (M. Hui YUAN), mais également dans le cadre de la thèse de M. Yang LIU [Y. LIU, thèse, INSA de Lyon (2013)] qui s'est particulièrement intéressé aux approches tomographiques pour la caractérisation microstructurale des polymères nano-composites renforcés par des charges particulières (nanoparticules de silice par exemple) ou 'filamentaires' (fils de Fe<sub>3</sub>C, cf. §.1.2.3a) en collaboration avec le laboratoire **LMI**, ou nanotubes de carbone [LIU Y., BOGNER-VAN DE MOORTELE A., EPICIER T., SATO K., KONNO T., *TEM and SEM tomography of polymer-based nanocomposites re-inforced by carbon nanotubes*, p.313-314 dans 'emc2012', 2, RMS: London, (2012)]. De nombreuses applications ont également été possibles sur des matériaux biocompatibles utilisés pour des implants dentaires [MAINJOT A.K., DOUILLARD T., GREMILLARD L., SADOUN M.J., CHEVALIER J., *3D-Characterization of the veneer-zirconia interface using FIB nano-tomography*, *Dental Materials* **29**(2) (2013) 157-165 ; SANON C, CHEVALIER J, DOUILLARD T, KOHAL RJ, COELHO PG, HJERPPE J, SILVA NR., *Low temperature degradation and reliability of one-piece ceramic oral implants with a porous surface*, *Dent Materials*. **29** (4), (2013) 389-97].



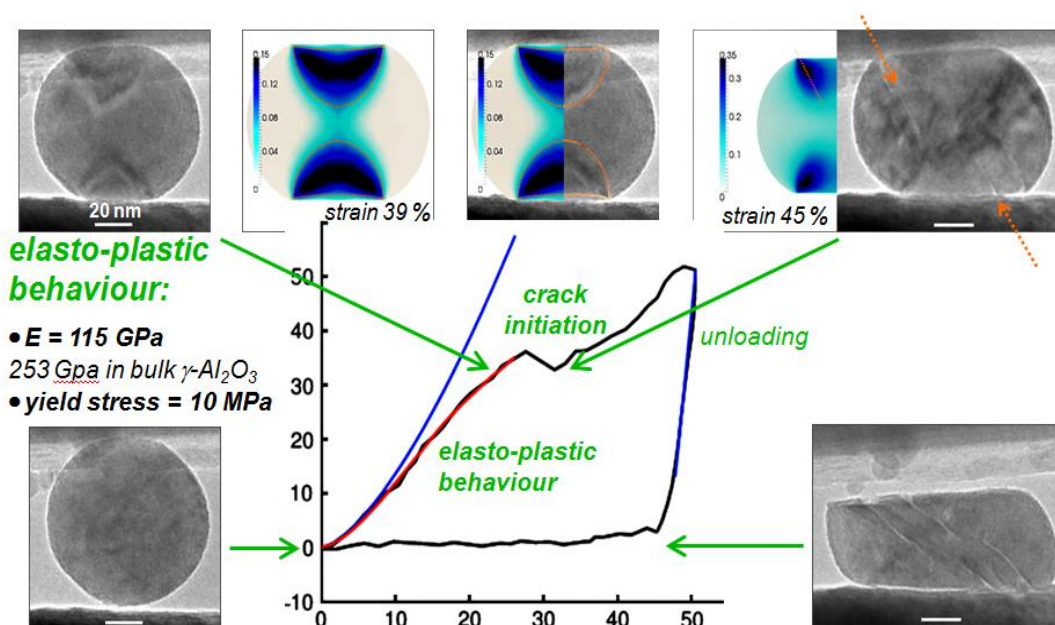
## 2. Résultats marquants des 5 dernières années

### 2.1. Bilan par entité partenaire

La majeure partie des études menées par les partenaires a été présentée par instrument dans les paragraphes précédents. Nous résumons et complétons brièvement ce panel de manière très succincte dans les lignes suivantes. En particulier, nous reviendrons sur les études mettant en jeu le microscope électronique en transmission JEOL 2010F du CLYM, cet instrument plus ancien du CLYM n'ayant pas été spécifiquement décrit plus haut. Nous compilons par ailleurs les publications principales des partenaires mentionnés.

#### 2.1.1. MATEIS

MATEIS est un des gros utilisateurs et initiateurs de nouvelles approches dans le cadre du CLYM ; plusieurs projets ont déjà été décrits (§.1.2.1, 1.2.2.a), 1.2.3.a), 1.2.3.d), 1.2.3.e)), ou seront présentés ci-dessous (§.2.1.3, 2.17, 2.1.10, 2.11) dans lesquels MATEIS est porteur ou partenaire. Nous nous limitons ici à la présentation des travaux effectués sur le microscope JEOL 2010F dans le cadre de l'étude in situ des propriétés mécaniques de nanoparticules céramiques. Il a pu être montré, grâce à un dispositif de nano-compression adapté à l'observation dans le MET JEOL 2010F du CLYM (acquis en 2010 en lien avec le laboratoire partenaire LTDS et partiellement financé par CLYM – cf. §.2.1.4), que des nanoparticules d'alumine pouvaient se déformer de manière plastique à température ambiante [E. CALVIÉ, L. JOLY-POTTUZ, C. ESNOUF, P. CLÉMENT, V. GARNIER, J. CHEVALIER, Y. JORAND, A. MALCHÈRE, T. EPICIER, K. MASENELLI-VARLOT, Real time TEM observation of room temperature plasticity in nano-crystalline alumina ceramic particles, *Journal of the European Ceramic Society*, **32** (2012), 2067-71]. Le dépouillement des résultats en collaboration avec le laboratoire LaMCoS, reposant sur une analyse des images et une simulation numérique, a permis de déterminer des lois de comportement du matériau à l'échelle nanométrique (cf. figure 10).



**Figure 10** : Nano-compression sur nanoparticules d'alumine in situ dans un TEM (JEOL 2010F du CLYM) : courbes charge – déplacement expérimentales et issues de la simulation numérique ; à noter que les micrographies ont une vocation illustrative car elles ne correspondent pas à la courbe mécanique, mais sont extraites d'une expérience totalement similaire (d'après [E. CALVIÉ, J. RÉTHORÉ, L. JOLY-POTTUZ, S. MEILLE, J. CHEVALIER, V. GARNIER, Y. JORAND, C. ESNOUF, T. EPICIER, K. MASENELLI-VARLOT, Mechanical behavior law of ceramic nanoparticles from Transmission Electron Microscopy in situ nano-compression tests, *Materials Letters*, **119** (2014), pp. 107-110 (collaboration LaMCoS)]).

#### Liste complémentaire 2009-2014 MATEIS/CLYM

OU M., MAUCHAMP V., MUTELET B., EPICIER T., LE BOSSE 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 ILM).

L. ESPOSITO, T. EPICIER, M. SERANTONI, A. PIANCASTELLI, D. ALDERIGHI, A. PIRRI, G. TOCI, M. VANNINI, S. ANGHEL, G. BOULON, Integrated analysis of non-linear loss mechanisms in Yb:YAG ceramics for lasers applications, *Journal of the European Ceramic Society*, **32** (2012) 2273-2281 (collaboration avec ILM).

EPICIER T., BOULON G., ZHAO W., GUZIK M., JIANG B., IKESUE A., ESPOSITO L., "Spatial distribution of the Yb<sup>3+</sup> rare earth ions in Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> optical ceramics as analyzed by TEM", *Journal of Materials Chemistry*, **22**, (2012), 18221 (collaboration avec ILM).

EPICIER T., TOURNUS F., SATO K., KONNO T., "Chemical composition dispersion in bi-metallic nanoparticles: semi-automated analysis using HAADF-STEM", *J. NanoParticle Research*, **14**, 9 (2012), 1106 (DOI: 10.1007/s11051-012-1106-z) (collaboration avec ILM).

R. HELLMANN, R. WIRTH, D. DAVAL, J.P. BARNES, J.M. PENISSON, D. TISSERAND, T. EPICIER, B. FLORIN, R.L. HERVIG, "Unifying natural and laboratory chemical weathering with interfacial dissolution–reprecipitation: A study based on the nanometer-scale chemistry of fluid–silicate interfaces", *Chemical Geology*, **294–295** (2012) 203-216.

F. DANOIX, T. EPICIER, F. VURPILLOT, D. BLAVETTE, Atomic-scale imaging and analysis of single layer GP zones in a model steel, *J. Mat. Sci.*, **47**, 3, (2012), 1567-1571.

M. CUISINIER, J.F. MARTIN, P. MOREAU, T. EPICIER, R. KANNO, D. GUYOMARD, N. DUPRÉ, Quantitative MAS NMR characterization of the  $\text{LiMn}_{1/2}\text{Ni}_{1/2}\text{O}_2$  electrode / electrolyte interphase, *Solid State Nucl. Magn. Reson.*, **42** (2012), 51-61

B. MARCHAND, N. MONCOFFRE, Y. PIPON, N. BÉRERD, C. GARNIER, L. RAIMBAULT, P. SAINOT, T. EPICIER, C. DELAFOY, M. FRACZKIEWICZ, C. GAILLARD, N. TOULHOAT, A. PERRAT-MABILON, C. PEAUCELLE, "Xenon migration in  $\text{UO}_2$  under irradiation studied by SIMS profilometry", *J. of Nuclear Materials*, **440** (2013), 562-567.

N. DJOURELOV, B. MARCHAND, H. MARINOV, N. MONCOFFRE, Y. PIPON, N. BÉRERD, P. NÉDÉLEC, L. RAIMBAULT, T. EPICIER, "Study of temperature and radiation induced microstructural changes in Xe-implanted  $\text{UO}_2$  by TEM, STEM, SIMS and positron spectroscopy", *J. of Nuclear Materials* **443** 1-3 (2013) 562-569.

H.P. VAN LANDEGHEM, M. GOUNÉ, T. EPICIER AND A. REDJÄÏMIA, Unexpected low-temperature crystallization of amorphous silicon nitride into  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  in a ferritic Fe-Si matrix, *Scripta Materialia* **68** (2013) 187–190.


E. CALVIE, L. JOLY-POTTUZ, C. ESNOUF, T. DOUILLARD, L. GREMILLARD, A. MALCHÈRE, K. MASENELLI-VARLOT, Geometry optimization of zirconia samples for in situ TEM nanosolicitation experiments and investigation of stress measurement using Coupled Convergent Beam Electron Diffraction, *Journal of Microscopy*, **249**, 2 (2012), 99-110.

E. CALVIÉ, L. JOLY-POTTUZ, C. ESNOUF, T. DOUILLARD, L. GREMILLARD, A. MALCHÈRE, J. CHEVALIER, K. MASENELLI-VARLOT, Evidence for the formation of distorted nano-domains involved in the phase transformation of stabilized-zirconia by coupling Convergent Beam Electron Diffraction and in situ TEM nanoindentation, *Acta Materialia*, **61**, 1 (2013), 174-182.

T. EPICIER, "Tomographie Électronique", chapitre dans *Imagerie 3D en Mécanique des Matériaux*, p.83-124, Publisher traité MIM (Hermès Science), éd. J.Y. BUFFIÈRE et E. MAIRE, (parution : 02-2014), 400 p., ISBN : 9782746245563.

T. EPICIER, E. SNOECK, "METS: the national Network for advanced Transmission Electron Microscopy and Atom Probe studies in France", *C.R. Physique* **15** (2014), 276-280 (Numéro Spécial : 'Seeing and Measuring with Electrons: Transmission Electron Microscopy today and tomorrow').


K. MASENELLI-VARLOT, C. GAUTHIER, L. CHAZEAU, F. DALMAS, T. EPICIER, J.Y. CAVAILLÉ, Advanced microscopy techniques for a better understanding of the polymer/nanotube composite properties, chapitre dans '*Polymer Nanotubes Nanocomposites: Synthesis, Properties and Applications*', 2<sup>nd</sup> Edition: Wiley ed., 500 p., ISBN: 978-1-118-94592-6, à paraître Août 2014.


 J. HOSTAŠA, L. ESPOSITO, A. MALCHÈRE, T. EPICIER, A. PIRRI, M. VANNINI, G. TOCI, E. CAVALLI, A. YOSHIKAWA, M. GUZIK, G. ALOMBERT-GOGET, G. BOULON, Y. GUYOT, "Polycrystalline  $\text{Yb}^{3+}\text{-Er}^{3+}$ -co-doped YAG: fabrication, TEM-EDX characterization, spectroscopic properties and comparison with the single crystal", *J. Mater. Res.* **29** (2014) 2288-2296 (collaboration avec ILM).

### 2.1.2. LaMCoS

Ce partenaire a développé essentiellement des études tribologiques grâce à l'ESEM, présentées au §. 1.2.2.b).

#### Liste complémentaire 2009-2014 LaMCoS/CLYM

 MAISONNETTE D., SUERY M., NELIAS D., CHAUDET P., EPICIER T., Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy, *Materials Science and Engineering A* **528** (6), (2011) 2718-2724 (collaboration avec MATEIS).

 N. WANG, A.M. TRUNFIO-SFARGHIU, D. PORTINHA, S. DESCARTES, E. FLEURY, Y. BERTHIER, J.P. RIEU, Nanomechanical and tribological characterizations of the MPC phospholipid polymer photografted onto rough polyethylene implants, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* **108** (2013) 285– 294 (collaboration avec IMP, ILM).

### 2.1.3. INL

#### Auto-organisation de nanoparticules.

Depuis de nombreuses années, une composante de l'INL s'intéresse à l'étude de nanoparticules d'oxydes luminescents pour le domaine de l'énergie (optimisation de cellule PV). Dans ce domaine, il a été montré que ces particules ont une propension à s'auto-organiser spontanément par un mécanisme nommé "collage orienté". Ce mécanisme est générique et a été observé pour de nombreux matériaux (oxydes ou non). Cependant le mécanisme responsable de ce collage orienté est encore mal compris. Si l'on sait que des forces à courtes portées sont responsables de l'attraction entre nanoparticules, de leur orientation cristallographique mutuelle et enfin de leur collage épitaxial, on ne connaît pas la nature de la force responsable. Deux grandes hypothèses ont été avancées : la réduction de surfaces instables d'une part et l'interaction dipolaire entre particules d'autre part. L'INL, en collaboration avec des équipes de MATEIS (INSA Lyon)

et de l'ILM, et par une étude en microscopie électronique en transmission à haute résolution couplée à une analyse statistique poussée, a montré récemment que l'interaction dipolaire n'est pas le facteur prépondérant du collage orienté, confirmant, par voie de conséquence, que le second mécanisme possible (réduction de surface) est la force motrice du phénomène étudié. L'effet de cette auto-organisation sur la luminescence du matériau résultant a aussi été établi [D. HAPIUK, B. MASENELLI, K. MASENELLI-VARLOT, D. TAINOFF, O. BOISRON, C. ALBIN, P. MELINON, *Oriented Attachment of ZnO Nanocrystals*, *J. Phys. Chem. C* **117**, 10220-10227 (2013)]. Enfin, l'exaltation de cette auto-organisation sous le faisceau du MET a été montrée. Cette étude pave le chemin vers la réalisation de méso-structures luminescentes par collage-orienté de nanoparticules.

Fiabilité des mesures électriques obtenues par Microscopie à force atomique :

Les mesures en mode *Tunneling AFM* (auss appelé *Conductive AFM*) sont une étape devenue indispensable pour évaluer les propriétés électriques des nanostructures mais aussi des films ultra-minces diélectriques, notamment pour déterminer la tenue des films au claquage diélectrique via la réalisation de caractéristiques courant-tension (I-V). Nous avons pu montrer que la réalisation de ces mesures sous air sur des films ultra-minces ne permettait pas d'accéder aux propriétés intrinsèques du matériau car la présence d'un film d'eau en surface du diélectrique était responsable d'une dégradation prématurée des couches ultra-minces diélectriques étudiées. En effet, le fort champ électrique appliqué pendant les mesures provoque la dissociation de la molécule d'eau et l'injection d'espèces chargées provoquant la création de défauts électriquement actifs dans la couche. Une protubérance anormale apparaît en surface, liée à cette dégradation précoce (voir notamment A. GRANFOND, B. GAUTIER, L. MILITARU, D. ALBERTINI, A. DESCAMPS, *Spurious phenomena occurring during current measurement on ultra-thin dielectric layers: from electro-thermal effects to surface damage*, *J. Appl. Phys.* **115**:134103, 2014 ; W. HOURANI, B. GAUTIER, L. MILITARU, D. ALBERTINI, A. DESCAMPS-MANDINE AND R. ARINERO, *Influence of the surrounding ambient on the reliability of the electrical characterization of thin oxide layers using an atomic force microscope*, *Microelectronic Reliability*, **51**(12):2097, (2011), doi : 10.1016/j.microrel.2011.07.035 ; W. HOURANI, B. GAUTIER, L. MILITARU, D. ALBERTINI, A. DESCAMPS-MANDINE, *Study of the physical and electrical degradation of thin oxide films by atomic force microscope*, *J. Vacuum Sci. Technol. B* **29**, 01AA06 (2011), doi:10.1116/1.3521474). Ces études, liées à d'autres attestant le rôle de l'environnement de mesure (notamment la présence d'eau) sur la fiabilité des mesures électriques effectuées par AFM (O. LIGOR, B. GAUTIER, A. DESCAMPS-MANDINE, D. ALBERTINI, N. BABOUX, AND L. MILITARU, *INTERPRETATION of Scanning Capacitance Microscopy for thin oxides characterization*, *Thin Solid Films*, **517**(24):6721-6725, (2009), DOI: 10.1016/j.tsf.2009.05.026), permettent d'avancer sur l'interprétation, la reproductibilité et la 'répétabilité' des mesures obtenues par AFM.

Liste complémentaire 2009-2014 INL/CLYM

J. PENUELAS, X. LU, N. P. BLANCHARD, G. SAINT-GIRONS, B. VILQUIN, P. CREMILLIEU, R. MAZURCZYK, M. GENDRY, *Morphological and structural properties of InP / Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanowires grown by molecular beam epitaxy on silicon substrate*, *Journal of Crystal Growth* **347**, 49 (2012).

B. GAUTIER, A. BRUGÈRE, O. LIGOR, S. GIDON, D. ALBERTINI, A. DESCAMPS-MANDINE, *Nanoscale measurement and mapping of the ferroelectric and dielectric properties of thin films by the use of techniques derived from atomic force microscopy*, *Matériaux et Techniques*, (2011), DOI :10.1051/mattech/2011115.

Z. LIN, G. BREMOND, F. BASSANI, *Memory properties and charge effect study in Si nanocrystals by scanning capacitance microscopy and spectroscopy*, *Physica Status Solidi (RRL): Rapid Research Letters* **6** 163 (2011).

Z. LIN, P. BRUNKOV, F. BASSANI, G. BREMOND, *Electrical study of trapped charges in nanoscale Ge islands by Kelvin probe force microscopy for nonvolatile memory applications*, *Appl. Phys. Lett.* **97**, p.263112, (2010).

W. HOURANI, L. MILITARU, B. GAUTIER, D. ALBERTINI, A. DESCAMPS-MANDINE, S. PELLOQUIN, C. PLOSSU, G. SAINT-GIRONS, *Nanoscale study of the influence of atomic oxygen on the electrical properties of LaAlO<sub>3</sub> thin high-k oxide films deposited by molecular beam epitaxy*, *Proc. MRS meeting*, 5-9 Avril 2010, San Francisco (CA, USA). DOI : 10.1557/PROC-1252-105-12

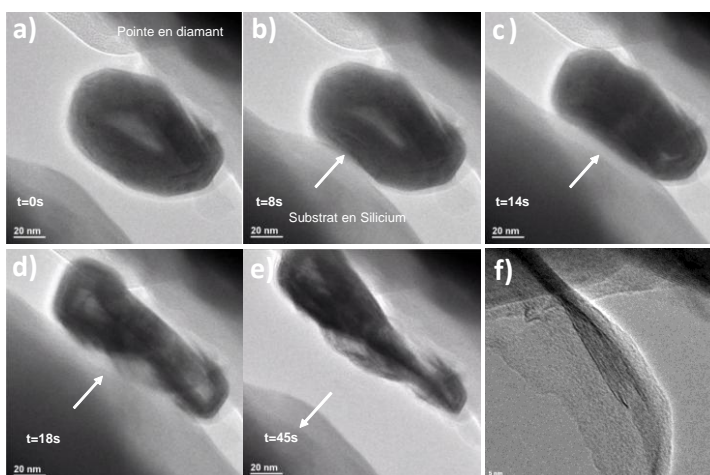
O. LIGOR, B. GAUTIER, A. DESCAMPS-MANDINE, D. ALBERTINI, L. MILITARU, N. BABOUX, *Nanoscale Characterization Of Ultra-Thin Dielectrics Using Scanning Capacitance Microscopy*, *AIP Conf. Proc.*: International Conference on the Frontiers of Characterization and Metrology for Nanoelectronics **1173**, 193 (2009), doi:10.1063/1.3251219.

#### 2.1.4. LTDS

Le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) de l'Ecole Centrale de Lyon est un partenaire engagé et un utilisateur régulier des microscopes du CLYM. La microscopie électronique en transmission à haute résolution, couplée à l'analyse EDX, est une technique de choix à laquelle nous faisons régulièrement appel en tribologie pour l'analyse morphologique, structurale et chimique des surfaces usées, des tribofilms ainsi que des débris d'usure générés au cours du frottement. Couplée à d'autres techniques de caractérisation telles que l'XPS, l'IR, la spectroscopie Raman ou le SIMS, la microscopie électronique nous permet ainsi de mieux appréhender les mécanismes réactionnels impliqués dans un contact tribologique lors de tests de frottement réalisés en présence d'additifs moléculaires, de couches minces ou de nanoparticules, et dans des environnements contrôlés. L'accès aux mécanismes de lubrification est essentiel à la compréhension, la maîtrise et l'optimisation de la réponse tribologique d'un système.

L'achat en 2010 avec le laboratoire MATEIS (cf. §.2.1.1) d'un porte-échantillon TEM équipé d'un nanoindenteur nous a permis de réaliser des expériences originales de nano-sollicitation de nanoparticules sous HRTEM (JEOL 2010F). L'objectif de ces expériences était de

visualiser en temps réel le comportement sous sollicitation mécanique de nanoparticules lubrifiantes de bisulfures métalliques afin de proposer des mécanismes d'action pour ces objets. Nous avons ainsi montré que le comportement des particules était à la fois dépendant des caractéristiques intrinsèques des particules (taille, structure, morphologie) mais également des conditions de sollicitation ; les mécanismes mis en évidence allant du roulement à l'exfoliation de feuillets lubrifiants en passant par des phénomènes de glissement. Les paramètres déterminants dans l'optimisation des propriétés lubrifiantes des nanoparticules ont ainsi été mis en évidence. Pour illustrer cela, la **figure 11** [I. LAHOUIJ, E.W BUCHOLZ, B. VACHER, SB. SINNOTT, JM. MARTIN, F. DASSENOY, Lubrication mechanisms of hollow-core inorganic fullerene-like nanoparticles: coupling experimental and computational works, *Nanotechnology*, **23** (2012) 375701-375711] montre le comportement d'une nanoparticule de WS<sub>2</sub> lors d'un test de compression effectué sous une pression de contact estimée de 1 GPa.



**Figure 11** : captures d'images obtenues à partir d'une vidéo enregistrée durant un test de compression mené sur une particule isolée de WS<sub>2</sub> et effectué de manière in-situ dans un TEM équipé d'un nanoindenteur (a – e) ; (f) Feuillets lubrifiant observés à l'issue du test de compression (d'après I. LAHOUIJ et al., *Nanotechnology* (2012)).

#### Liste complémentaire 2009-2014 LTDS/CLYM

I. LAHOUIJ, F. DASSENOY, B. VACHER, K. SINHA, DA. BRASS, M. DEVINE, Understanding the Deformation of Soot Particles/Agglomerates in a Dynamic Contact: TEM In Situ Compression and Shear Experiments, *Tribology Letters*, **53**, 1 (2014) 91-99.

I. LAHOUIJ, B. VACHER, F. DASSENOY, Direct observation by in situ TEM of the behavior of IF-MoS<sub>2</sub> nanoparticles during sliding tests: influence of the crystal structure, *Lubrication Science*, **36**, 3 (2014) 163-173.

I. LAHOUIJ, F. DASSENOY, B. VACHER, J.M. MARTIN, Real Time TEM Imaging of Compression and Shear of Single Fullerene-Like MoS<sub>2</sub> and WS<sub>2</sub> Nanoparticles, *Tribology and Lubrication Technology*, **68**, 12 (2012) 21-23.

I. LAHOUIJ, B. VACHER, J.M. MARTIN, F. DASSENOY, IF-MoS<sub>2</sub> based lubricants: influence of size, shape and crystal structure, *Wear*, **296**, 1-2 (2012) 558-567.

I. LAHOUIJ, F. DASSENOY, B. VACHER, J.M. MARTIN, Real Time TEM Imaging of Compression and Shear of Single Fullerene-Like MoS<sub>2</sub> Nanoparticle, *Tribology Letters*, **45**, 1 (2012) 131-141.

T. SCHMITT, P. STEYER, J. FONTAINE, N. MARY, C. ESNOUF, M. O'SULLIVAN, F. SANCHETTE, Cathodic arc deposited (Cr,Six)N coatings: From solid solution to nanocomposite structure, *Surface and Coatings Technology*, **213** (2012) 117-125 (collaboration avec MATEIS).


P. NJIWA, C. MINFRAY, T. LE MOGNE, B. VACHER, J.-M. MARTIN, S. MATSUI, Zinc dialkyl phosphate (ZP) as an anti-wear additive: Comparison with ZDDP, *Tribology Letters*, **44** (2011) 19-30.

#### 2.1.6. IRCEYON

L'essentiel des travaux complémentaires listés ci-dessous concernant des études menées par IRCELYON sur des thématiques impliquant la Microscopie électronique ne Transmission.

#### Liste complémentaire 2009-2014 IRCELYON/CLYM

POOVARAWAN N., SURIYE K., AYUDHYA S.K.N., PUNPRANOT J., AIRES F., ET PRASERTHDAM P., Effect of 2-Butene Cis/Trans Isomers in the Metathesis of Ethylene and 2-Butene Over WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> Catalysts, *Catalysis Letters*, **144**(5), 920-927, 2014.

 MISHRA S., JEANNEAU E., BULIN A.L., LEDOUX G., JOUGUET B., AMANS D., BELSKY A., DANIELE S., ET DUJARDIN C., A molecular precursor approach to monodisperse scintillating CeF<sub>3</sub> nanocrystals, *Dalton Transactions*, **42**(35), (2013) 12633-12643 (collaboration avec ILM).

ARQUILLIERE P., HELGADOTTIR I.S., SANTINI C., HAUMESSER P.H., AOUINE M., MASSIN L., ROUSSET J.L., Bimetallic Ru-Cu Nanoparticles Synthesized in Ionic Liquids: Kinetically Controlled Size and Structure, *Topics in Catalysis*, **56**(13-14), 1192-1198, 2013.

HELGADOTTIR I. S., ARQUILLIERE P. P., BREA P., SANTINI C. C., HAUMESSER P.-H., RICHTER K.; MUDRING A.-V., ET AOUINE M., Synthesis of bimetallic nanoparticles in ionic liquids: Chemical routes vs physical vapor Deposition, *Microelectronic Engineering*, **107**, 229-232, 2013.

BONNEFILLE E., MILLET J.M.M., CANDY J.P., THIVOLLE-CAZAT J., BELLABARBA R., TOOZE R., ET BASSET J.M., Effect of Rhodium Traces on the Reducibility of Silica-Supported Iron Particles, *Catalysis Letters*, **142**(8), 984-990, 2012.


PICCOLO L., NASSREDDINE S., AOUINE M., ULHAQ C., ET GEANTET C., Supported Ir-Pd nanoalloys: Size-composition correlation and consequences on tetralin hydroconversion properties, *Journal of Catalysis*, **292**, 173-180, 2012.

PATTAMAKOMSAN K., EHRET E., MORFIN F., GELIN P., JUGNET Y., PRAKASH S., BERTOLINI J.C., PANPRANOT J., ET AIRES F., Selective hydrogenation of 1,3-butadiene over Pd and Pd-Sn catalysts supported on different phases of alumina, *Catalysis Today*, **164**(1), 28-33, 2011.

BOUALLEG M., NORSIC S., BAUDOIN D., SAYAH R., QUADRELLI E.A., BASSET J.M., CANDY J.P., DELICHERE P., PELZER K., VEYRE L., ET THIEULEUX C., Selective and regular localization of accessible Pt nanoparticles inside the walls of an ordered silica: Application as a highly active and well-defined heterogeneous catalyst for propene and styrene hydrogenation reactions, *Journal of Catalysis*, **284**(2), 184-193, 2011.

NASSREDDINE S., MASSIN L., AOUINE M., GEANTET C., ET PICCOLO L., Thiotolerant Ir/SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bifunctional catalysts: Effect of metal-acid site balance on tetralin hydroconversion, *Journal of Catalysis*, **278**(2), 253-265, 2011.

KERDI F., CAPS V., ET TUEL A., Mesostructured Au/C materials obtained by replication of functionalized SBA-15 silica containing highly dispersed gold nanoparticles, *Microporous and Mesoporous Materials*, **140**(1-3), 89-96, 2011.

 AFANASIEV P., AOUINE M., DERANLOT C., EPICIER T., ordered arrays of nanorods obtained by solid-liquid reactions of LaOCl crystals, *Chem. Mater.*, **22**, 19, (2010), 5411-5419 (collaboration avec MATEIS).

DUFAUD V., LEFEBVRE F., NICCOLAI G. P., ET AOUINE, M. New insights into the encapsulation and stabilization of heteropolyacids inside the pore walls of mesostructured silica materials, *Journal of Materials Chemistry*, **19**(8), 1142-1150, 2009.

 BENLEKBIR S., EPICIER T., BAUSACH M., AOUINE M., BERHAULT G., STEM HAADF Electron Tomography of Palladium Nanoparticles with Complex Shapes, *Phil.Mag.Letters*, **89** (2), (2009), 145-153 (collaboration avec MATEIS).

SASSINE M, BUREL L, D'ANNA B, GEORGE C., Kinetics of the tropospheric formaldehyde loss onto mineral dust and urban surfaces *Atmospheric Environment*, 2010,44(40):5468-75,

KOCHKAR H, AOUINE M, GHORBEL A, BERHAULT G, Shape-Controlled Synthesis of Silver and Palladium Nanoparticles Using beta-Cyclodextrin, *Journal of Physical Chemistry C*, 2011,115(23):11364-73,

THI THAO N, SAFONOVA O, AOUINE M, MILLET J-MM., Influence of the nature and content of several elements of MoVTe(Sb)NbO catalysts on their catalytic properties, *Abstracts of Papers of the American Chemical Society*, 2012,244.

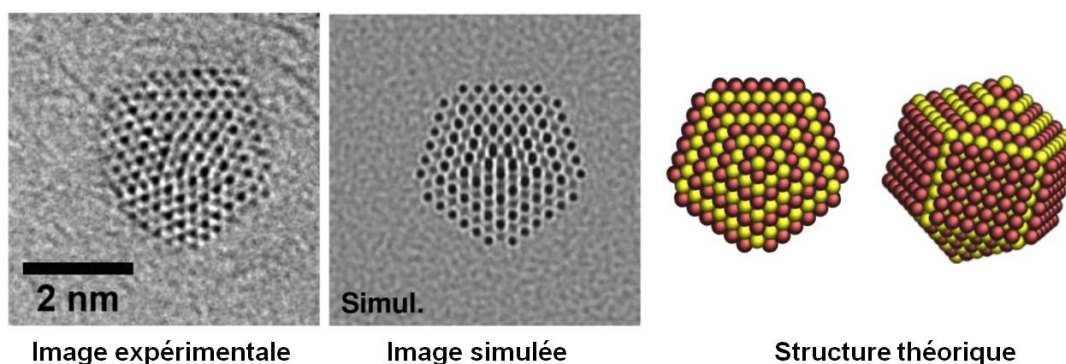
 T. EPICIER, M. AOUINE, E. OBEID, M. TSAMPAS, F. CADETE SANTOS AIRES, A. SERVE, K. PAJOT, P. VERNOUX, "Investigations of soot combustion on Ytria-Stabilized Zirconia by environmental transmission electron microscopy", soumis à *Applied. Catal. A*, 2014 (collaboration avec MATEIS).

### 2.1.7. ILM

Outre son activité sur les nanoparticules développées à des fins de thérapie pour les tumeurs (voir précédemment, §. 1.2.2.a), ou son activité en nanofluidique à l'aide du FIB (§.1.2.3.b), l'ILM a tiré profit du microscope en transmission à haut résolution (JEOL 2010F) pour des études structurales de nanoparticules magnétiques. Les nanoalliages CoPt et FePt sont prometteurs pour d'éventuelles applications dans le domaine du stockage d'information magnétique, étant données les propriétés exceptionnelles des phases chimiquement ordonnées L1<sub>0</sub> massives. L'ordre chimique (alternance de plans de Co (ou Fe) et de Pt selon l'axe c) entraîne une augmentation drastique de la constante d'anisotropie. Cet effet subsiste-t-il pour des tailles nanométriques ? Avec la réduction de taille, la surface va en effet jouer un rôle croissant, pouvant ainsi perturber les propriétés magnétiques, et il a par ailleurs été prédit qu'à la fois la nature des géométries stables et le paramètre d'ordre chimique d'équilibre étaient modifiés pour des particules nanométriques.

Nous avons ainsi étudié les propriétés intrinsèques de nanoparticules de CoPt préparées par LECBD, triées en taille (diamètre typique de 3 nm), et diluées dans une matrice de carbone amorphe. En combinant des études de structure (microscopie électronique en transmission, diffraction et absorption de rayons x) et des mesures magnétiques (SQUID, XMCD), il a été possible de corrélérer la structure atomique des particules à leurs propriétés magnétiques, en particulier leur constante d'anisotropie magnétique. L'effet d'un recuit (2h à 750

K), qui n'entraîne pas de coalescence des particules, a été mis en évidence: les particules initialement dans la phase A1 chimiquement désordonnée s'ordonnent, même pour des tailles inférieures à 2 nm. Nous nous sommes intéressés à la quantification du paramètre d'ordre  $L_{10}$  d'une nanoparticule unique par MET [BLANC N., TOURNUS F., DUPUIS V., EPICIER T., *Measuring the  $L_{10}$  chemical order parameter of a single CoPt nanoparticle smaller than 4 nm*, *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics* **83** 9 (2011) art. no. 092403]. Nous avons mis en évidence une dispersion de constante d'anisotropie pour les particules de CoPt, et une augmentation d'anisotropie avec le recuit, sans pour autant atteindre la valeur de la phase massive (supérieure d'un ordre de grandeur !). Ce résultat étonnant est à rapprocher de l'observation par EXAFS (comparé à des calculs *ab initio* de la structure relaxée de petites particules) d'un effet de relaxation spécifique des distances interatomiques dans ces systèmes, à cause de la surface. De plus, nous avons mis en évidence une coexistence de différentes géométries, cristallines, et multi-maclées (particules décaédriques et icosaédriques) au sein d'assemblées de particules de CoPt et de FePt, qui subsiste après recuit [TOURNUS F., SATO K., EPICIER T., KONNO T.J., DUPUIS V., *Multi- $L_{10}$  domain CoPt and FePt nanoparticles revealed by electron microscopy*, *Physical Review Letters* **110** (5), (2013) art. no. 05551]. De manière étonnante, nous avons vu qu'il pouvait exister des petites particules avec des défauts d'ordre chimique, constituées de plusieurs domaines  $L_{10}$ : c'est le cas des décaèdres ordonnés chimiquement, dont la structure avait été prédite théoriquement (cf. figure 12).



**Figure 12** : Image HRTEM (expérimentale et simulée) d'une nanoparticule de FePt présentant une symétrie d'ordre 5 (structure décaédrique) et un ordre chimique. Ceci correspond à la structure théorique représentée à droite (travail effectué au CLYM et à l'Université Tohoku de Sendai, Japon, dans le cadre du partenariat au sein de ElyT-lab - [www.elyt-lab.com](http://www.elyt-lab.com) -).

Un autre sujet porté par ILM et traité au CLYM en collaboration avec MATEIS concerne l'étude microstructurale de céramiques dopées terres rares pour applications dans le domaine de l'optique (lasers, scintillateurs notamment).

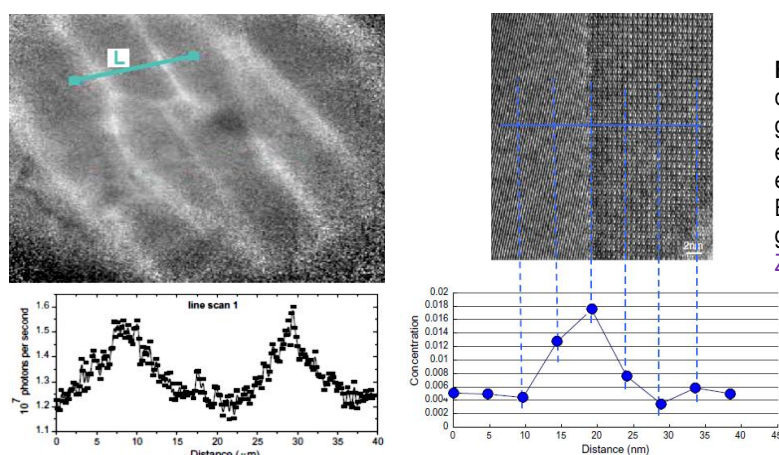
Une tendance (et un challenge) de ces dernières dans ce domaine est de remplacer les monocristaux de YAG ( $Y_3Al_5O_{12}$ ), longs et onéreux à préparer (croissance Crochalski notamment), par des céramiques polycristallines, dopées terre rare ( $Ce^{3+}$ ,  $Nd^{3+}$ ,  $Yb^{3+}$  notamment pour les applications laser). La composante "Matériaux Luminescents" de l'ex-LPCML au sein d'ILM a une grande expérience des propriétés de tels matériaux, et une étude a été amorcée depuis environ 2010 pour corréler les microstructures aux propriétés optiques (transmittance, pouvoir laser). Il s'agit en fait de contrôler l'homogénéité de la distribution des ions terres rares au sein de la matrice oxyde. La difficulté réside dans la faible proportion des dopants (fraction de % atomique) et leur possible ségrégation à l'échelle nanométrique (joints de grains) ou sub-nanométrique (*clustering*) qui peut conduire à une diminution très importante des propriétés laser (notamment, effet de 'scattering' de l'onde lumineuse entretenue dans les cavités résonantes du laser). La MET à Haute Résolution et l'analyse chimique EDX nanométrique s'avèrent dans ce contexte des techniques incontournables, et de très nombreux systèmes ont ainsi été mesurés au microscope JEOL 2010F du CLYM : (Gd,Y)AG- $Ce^{3+}$  (voir figure 13 [W. ZHAO, S. ANGHIEL, D. AMANS, G. BOULON, T. EPICIER, Y. SHI, X. Q. FENG, Y. B. PAN, V. CHANI, A. YOSHIKAWA,  *$Ce^{3+}$  dopant segregation in  $Y_3Al_5O_{12}$* , *Optical Materials*, **33**, (2011), 684–687]),  $Y_2O_3$ - $Yb^{3+}$ , Gd-YAG- $Yb^{3+}$ , YAG- $Yb^{3+}$  (cf. liste de références ci-dessous), et plus récemment à l'aide de l'utilisation du microscope *EtTEM* en mode 'haut vide' (cf. [G. BOULON et al., *accepté* (2014)], cité au paragraphe 1.2.1).

Ces travaux ont par ailleurs été conduits partiellement dans le cadre d'un programme de collaboration bilatéral n°132633 CNRS-F / CNR-Italie ('SCOC', 2012-2013, piloté par T. Epicier et associant l'ILM – prof. Georges BOULON et coll. – et l'ISTEC de Faenza – prof. Laura ESPOSITO et coll. -), et également dans le cadre du programme de recherche ElyT Université de Lyon – Tohoku University, Sendai, Japon.

#### Liste complémentaire 2009-2014 ILM/CLYM

[TOURNUS F., BLANC N., TAMION A., DUPUIS V., EPICIER T., *Coalescence-free  $L_{10}$  ordering of embedded CoPt Nanoparticles*, *Journal of Applied Physics*, **109** (7), (2011), 07B722 (collaboration avec MATEIS).

[G. LEDOUX, D. AMANS, C. DUJARDIN, K. MASENELLI-VARLOT, *Facile and rapid synthesis of highly luminescent nanoparticles via pulsed laser ablation in liquid*, *Nanotechnology*, **20** (2009) 445605-445612 (collaboration avec MATEIS).



**Figure 13** : ségrégation intergranulaire de  $\text{Ce}^{3+}$  dans un polycristal de YAG dope à 0.1%. A gauche : microscopie en 'micro-luminescence' et 'line-scan d'intensité (le long de la ligne L) en mode confocal; à droite : METHR and profil EDX confirmant la ségrégation sur un joint de grain observé 'sur la tranche' (d'après W. ZHAO et al., (2011)).

D. AMANS, C. MALATERRE, M. DIOUF, C. MANCINI, F. CHAPUT, G. LEDOUX, G. BRETON, Y. GUILLIN, C. DUJARDIN, K. MASENELLI-VARLOT, P. PERRIAT, Synthesis of oxide nanoparticles by pulsed laser ablation in liquids containing a complexing molecule : impact on size distributions and prepared phases, *J. Phys. Chem. C*, **115**, 12 (2011), pp. 5131-5139 (collaboration avec MATEIS).

ZHAO W., HRENIAK D., BOULON G., STREK W., BRENIER A., YIN M., GLUCHOWSKI P., LUKOWIAK A., WIGLUSZ R., EPICIER T., "Spectroscopic properties of  $\text{Yb}^{3+}$ -doped  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  nanoceramics obtained under different sintering pressures", *Radiation Measurements*, **45**, 3-6, (2010), 304-306 (collaboration avec MATEIS).

G. BOULON, T. EPICIER, W. ZHAO, V.I. CHANI, T. YANAGIDA, A. YOSHIKAWA, Absence of Host Cations Segregation in the  $(\text{Gd},\text{Y})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  Mixed Garnet Optical Ceramics, *Japanese Journal of Applied Physics*, **50** 9, (2011), Article ID: 090207 (collaboration avec MATEIS).

W. ZHAO, S. ANGHEL, D. AMANS, G. BOULON, T. EPICIER, Y. SHI, X. Q. FENG, Y. B. PAN, V. CHANI, A. YOSHIKAWA,  $\text{Ce}^{3+}$  dopant segregation in  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , *Optical Materials*, **33**, (2011), 684–687 (collaboration avec MATEIS).

G. BOULON, T. EPICIER, W. ZHAO, V.I. CHANI, T. YANAGIDA, A. YOSHIKAWA, "Absence of Host Cations Segregation in the  $(\text{Gd},\text{Y})_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  Mixed Garnet Optical Ceramics", *Japanese Journal of Applied Physics*, **50** 9, (2011), Article ID: 090207 (collaboration avec MATEIS).

G. BOULON, T. EPICIER, W. ZHAO, M. GUZIK, Y. PAN, B. JIANG, Is there segregation of rare earth ions in garnet optical ceramics?, chapitre p.333-345 dans 'Nano-Optics for Enhancing Light-Matter Interactions on a Molecular Scale', *Di Bartolo, Baldassare; Collins, John (Eds.), (2013), XIX, 477 p.*, ISBN: 978-94-007-5312-9, NATO Science for Peace and Security Series B: Physics and Biophysics (collaboration avec MATEIS).

G. BOULON, Y. GUYOT, M. GUZIK, T. EPICIER, P. GLUCHOWSKI, D. RENIAK, W. STREK,  $\text{Yb}^{3+}$  ions distribution in YAG nanoceramics analyzed by both optical and TEM-EDX techniques, *J Phys Chem C.*, **118** 28 (2014), 15474-15486, DOI: 10.1021/jp502882j (collaboration avec MATEIS).

G. BOULON, G. ALOMBERT-GOGET, Y. GUYOT, M. GUZIK, T. EPICIER, N.P. BLANCHARD, L. CHEN, L. HU, W. CHEN, Conjugation of TEM-EDX and optical spectroscopy tools for the localization of  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Er}^{3+}$  and  $\text{Co}^{2+}$  dopants in a laser glass ceramics composed of  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  spinel nano-crystals embedded in  $\text{SiO}_2$  glass, *J. of Materials Chemistry C.*, accepted (2014), DOI: 10.1039/x0xx00000x, (collaboration avec MATEIS).

### 2.1.8. LHC

Le laboratoire Hubert Curien de l'Université de St-Etienne a rejoint le CLYM en 2014. La plupart des contributions 'CLYM' aux études menées par ce laboratoire ont porté sur l'apport de la MET à Haute Résolution et analytique (microscope 2010F du CLYM) à l'étude de l'auto-organisation de particules métalliques (e.g. argent) dans des revêtements de types amorphe ( $\text{SiO}_2$ ) ou mésoporeux ( $\text{TiO}_2$ ), et ce pour des applications optiques (photochromisme notamment), dans le cadre de projets ANR impulsés antérieurement par ce laboratoire, en partenariat avec le laboratoire LMI, par ailleurs membre du CLYM (e.g. [Y. BATTIE et al., *J. Phys. Chem. C* **2010**, *114*, 8679–8687]). La **figure 14** en est une récente illustration.

#### Liste complémentaire 2009-2014 LHC/CLYM

N. CRESPO-MONTEIRO, N. DESTOUCHES, L. SAVIOT, S. REYNAUD, T. EPICIER, E. GAMET, L. BOIS, A. BOUKENTER, "One-Step Microstructuring of  $\text{TiO}_2$  and  $\text{Ag-TiO}_2$  Films by Continuous Wave Laser Induced Crystallization or Ablation in the UV and Visible Ranges", *J. Phys. Chem. C*, **116** (51), (2012), 26857-26864 (collaboration avec MATEIS).

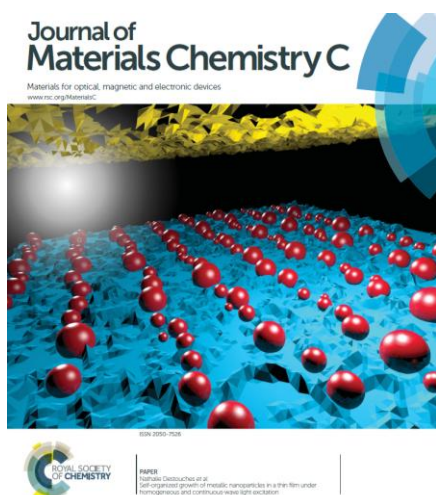





Figure 14 : couverture de revue scientifique [N. DESTOUCHES et al., *J. Mat. Chem. C.*, (2014)].


Il s'agit d'une collaboration entamée il y a 3 ans et très productive (voire liste complémentaire du LHC ci-dessous) avec le groupe de 'nanostructuration' du laboratoire LHC, umr5516 de l'Université Jean-Monnet de St-Etienne. Les études portent sur l'auto-organisation de réseaux de nanoparticules formés in situ dans un film mince de  $\text{TiO}_2$  par irradiation lumineuse, pour des applications de photochromisme. La MET est l'outil indispensable pour s'assurer des structures et défauts des nanoparticules individuelles de quelques nm à quelques dizaines de nm ; le *FIB* a servi ici à mettre en évidence la nature quasi bidimensionnelle du réseau de NPs à l'interface  $\text{TiO}_2$  / substrat (de verre).

 N. DESTOUCHES, Y. BATTIE, N. CRESPO-MONTEIRO, F. CHASSAGNEUX, L. BOIS, S. BAKHTI, F. VOCANSON, N. TOULHOAT, N. MONCOFFRE AND T. EPICIER, "Photo-directed Organization of Silver Nanoparticles in Mesostructured Silica and Titania Films", *J. NanoParticle Research*, **15** (2013) 1-10, 10.1007/s11051-013-1422-y (collaboration avec MATEIS).

 N. DESTOUCHES, N. CRESPO-MONTEIRO, G. VITRANT, Y. LEFKIR, S. REYNAUD, Y. LIU, T. EPICIER, F. VOCANSON, F. PIGEON, "Self-Organized Growth of Metallic Nanoparticles in a Thin Film under Homogeneous and Continuous-Wave Light Excitation", *Journal of Materials Chemistry C.*, **2** **31** (2014), 6213–6424 (collaboration avec MATEIS).

 N. CRESPO-MONTEIRO, N. DESTOUCHES, T. EPICIER, L. BALAN, F. VOCANSON, Y. LEFKIR, J.Y. MICHALON, changes in the chemical and structural properties of nanocomposite  $\text{Ag}:\text{TiO}_2$  films during photochromic transitions, *J. Phys. Chem. C*, accepté 2014, DOI: 10.1021/jp505702g (collaboration avec MATEIS).

## 2.2. Animation scientifique et autres éléments attestant du fonctionnement mutualisé

L'animation scientifique et le fonctionnement mutualisé sont directement illustrés par le grand nombre de travaux et publications communes entre au moins 2 partenaires du CLYM (rappelons que **dans l'ensemble de ce document, celles-ci sont signalées par le pictogramme** ).

D'une part, des chercheurs des différents laboratoires travaillant sur des thèmes partagés collaborent directement et souvent co-encadrent des thèses ; d'autre part, la participation des membres des Equipes-Microscopes au développement des méthodologies et à la conduite des expériences (ou, a minima, à la formation des utilisateurs) renforce le caractère mutualisé.

La mutualisation est en fait l'essence même du fonctionnement du CLYM au niveau de la gestion technique et financière du CLYM, comme l'illustrerons brièvement les éléments organisationnels présentés dans la **partie C : Projet scientifique pour la période 2016-2020** (§.2. **Organisation de la structure fédérative**).

En marge de cette vision scientifique, on peut également noter l'opération emblématique de diffusion de la culture scientifique dans le cadre des journées portes ouvertes du CLYM, chaque année à l'occasion de la Fête de la Science de 2009 à 2013 (cf. **figure 15**). Des visites de classes sont organisées sur 2 jours et le week-end est consacré à des démonstrations pour le grand public.



Figure 15 : illustrations des visites de classes et du grand public aux Journées Ports Ouvertes du CLYM lors des éditions de la Fête de la Science 2010, 2011, 2012 et 2013 (respectivement de haut en bas et de gauche à droite : salle du MEB – MATEIS -, salle de l'ESEM, salle du MET 2010F et salle de l'EiTEM).



Le nombre de visiteurs, estimé à 1000 personnes au total en 2013, est en constante augmentation. Cette activité implique la participation de nombreux microscopistes (chercheurs, enseignants-chercheurs, ingénieurs et techniciens) des laboratoires partenaires, y compris les personnels non permanents (doctorants et post-doctorants).

## 2.3. Insertion dans les contextes régional, national et international

### 2.3.1. Contexte Régional

Comme indiqué dans la **partie A : Présentation synthétique de l'entité – Structure fédérative**, CLYM est associé à de nombreuses structures de recherche lyonnaise : le Labex 'Institut des Sciences et Technologies Multiéchelles' (IMUST, [www.labeximust.org/](http://www.labeximust.org/)), la Fédération CNRS Institut de Chimie de Lyon (ICL, [www.iclyon.fr/](http://www.iclyon.fr/)), le laboratoire international *Engineering and Science Lyon-Tohoku Laboratory* (ELyT-lab, [www.elyt-lab.com/](http://www.elyt-lab.com/)), le *Collégium CNRS Ingénierie* et Interfaces à Lyon (C2I@L et l'Institut Carnot Ingénierie AT Lyon (I@L, [www.ingenierie-at-lyon.org/](http://www.ingenierie-at-lyon.org/)).

Au travers de son partenariat et de ses relations avec le CT $\mu$  : Centre Technologique des Microstructures (pôle de microscopie de l'Université Claude Bernard Lyon I), CLYM est également en relation avec la plateforme Lyon Bio-Image (<http://lyonbioimage.univ-lyon1.fr>, label national IBISA), qui fédère trois structure d'imagerie de l'agglomération lyonnaise proposant des outils d'imagerie multi-échelle, photonique et électronique, notamment axées sur les applications en biologie et médecine (le PLATIM, implanté dans les locaux de l'Ecole Normale Supérieure de Lyon et de la Faculté de Médecine Lyon-Sud, qui propose une offre large en microscopie photonique - conventionnelle, vidéo-microscopie confocale et bi-photonique -, le [Centre Technologique des Microstructures CT \$\mu\$](#)  - plateforme d'imagerie électronique pluridisciplinaire à l'interface entre la Biologie, la Chimie et la Physique – et le [Centre d'Imagerie Quantitative Lyon-Est \(CIQLE\)](#), à la faculté de médecine Lyon-Est plus ouvert sur la communauté biomédicale).

### 2.3.2. Contexte National

CLYM est une des 8 plateformes du **réseau national METSA** : "Microscopie électronique en Transmission et Sonde Atomique" ([www.metsa.fr](http://www.metsa.fr)). Ce réseau METSA a été créé en 2009 par le CNRS et le CEA, et a été transformé en FR CNRS 3507 en 2012 avec pour missions principales<sup>2</sup> :

- D'offrir aux chercheurs académiques et industriels de la communauté nationale et internationale l'accès à des moyens uniques en MET/SA (Sonde Atomique) associés à des compétences scientifiques permettant de répondre à de nouveaux problèmes (physique, science de la matière condensée, sciences de la terre et de l'univers, environnement, biophysique...) qui ne trouvent pas de réponse dans les techniques de MET « conventionnelles ».
- D'inciter aux développements instrumentaux, méthodologiques et en modélisation spécifiques à la MET et sonde atomique pour en faire bénéficier toute la communauté afin d'accroître sa participation à l'échelle européenne et internationale.
- D'impulser toute forme de formation (stages, écoles, workshops...) et de communication (développement d'un site web, opérations de communication, articles scientifiques et de vulgarisation, réseaux sociaux-professionnels...) sur les dernières potentialités en matière de microscopie électronique en transmission et sonde atomique.

METSA est une Infrastructure de Recherche (IR) qui regroupe 8 plateformes et 14 microscopes électroniques, 3 FIB, 3 sondes atomiques ; l'expertise de ces plateformes est résumée dans le **tableau 1**. METSA concerne une centaine de chercheurs et ingénieurs / techniciens qui officient pour accomplir les expériences soumises 2 fois par an à un Comité de Programme (332 expériences traitées en 4 ans, soit 1400 journées d'expériences). Sur les 2 dernières années, le taux d'acceptation moyen des demandes en première instance est de 64 %. Sur la période 2009-2014, la FED CLYM a participé aux activités du réseau en conduisant **32 expériences** en TEM, FIB et ESEM.

Platforms	location	expertise
CEMES, upr 8011	Toulouse	C <sub>s</sub> -corrected HRTEM, EELS, in situ, holography
IM2NP <sup>a</sup> , umr 6242	Marseille	Atom Probe (Tomography), C <sub>s</sub> -corrected HRTEM
CiNaM <sup>a</sup> , umr 3118	Marseille	Environmental TEM
MATEIS <sup>b</sup> -CLYM, umr 5510	Lyon	All purposes TEM, Environmental EM
PFNC-Minatec (CEA)	Grenoble	C <sub>s</sub> -corrected HRTEM – HRSTEM, EELS
LPS, umr 8502	Orsay	C <sub>s</sub> -corrected HRSTEM, STEM-EELS
MPQ, umr 7162	Paris	C <sub>s</sub> -corrected HRTEM, EELS
CRISMAT <sup>c</sup> , umr 6508	Caen	Quantitative Electron Diffraction, heating/cooling
GPM <sup>c</sup> , umr 6634	Rouen	Atom Probe (Tomography), Field Ion Microscopy
IPCMS, umr 7504	Strasbourg	TEM tomography, EFTEM, C <sub>s</sub> -corrected HRSTEM

<sup>a</sup> partners of the CIME-PACA platform; <sup>b</sup> MATEIS laboratory is the main of the 13 partners of the FED CLYM; <sup>c</sup> members of the IRMA CNRS Federation (FR 3095).

**Tableau 1** : membres de la FR METSA au 01/09/2013 (d'après [T. EPICIER, E. SNOECK, *Networking strategies of the microscopy community for improved utilization of advanced instruments: (2) The national network for transmission electron microscopy and atom probe studies in France (METSA), Comptes Rendus Physique, 15 2-3 (2014) 276-280*]).

<sup>2</sup> Extrait du document de synthèse envoyé en 2011 à l'Institut de Physique du CNRS et destiné à la transformation du réseau METSA en Fédération de recherches CNRS (E. Snoeck - CEMES, précédent responsable du réseau -, T. Epicier, Directeur de la FR depuis 2012).

### 2.3.3. Contexte International

Le fonctionnement 'souple' de la FED CLYM ne lui donne pas de visibilité internationale es qualité ; il est par contre clair que les activités de recherche de ses membres, telles que permises ou enrichies par les études qu'ils mènent sur les microscopes de la Fédération, sont dans de nombreux domaines reconnues internationalement (le lecteur est à ce titre renvoyé vers les rapports d'évaluation des différents laboratoires membres).

Néanmoins, CLYM sera nécessairement impliqué dans la tenue du **prochain Congrès Européen de Microscopie, organisé à Lyon (Cité Internationale, Centre des Congrès) en 2016** (28 août- 2 septembre [www.emc2016.fr](http://www.emc2016.fr), cf. figure 16).



Figure 16 : page d'accueil du site web d'EMC2016 (en service depuis septembre 2014).

Cette manifestation, de la 'série' *European Microscopy Congress*, a lieu tous les 4 ans et attire l'ensemble de la communauté microscopiste européenne, voire mondiale (plus de 2000 participants sont attendus au vu des dernières éditions à Aachen, 2008, et Manchester 2012). La manifestation est organisée sous l'égide de la Société Française des Microscopies (SFμ), de l'*European Microscopy Society* (EMS) et de la Fédération Internationale des Sociétés de Microscopie (IFSM). Dans ce contexte, CLYM aura un rôle à différents niveaux :

- prendre part à l'organisation locale (le congrès est présidé par Thierry EPICIER)
- inciter à la participation massive de la communauté Rhône-alpine, et en particulier des chercheurs de la COMUE Lyon - St-Etienne.
- animer des ateliers de formation / workshop 'pré-congrès', au même titre que les structures d'accueil potentiel sur la région (Minatec, CMTC à Grenoble),

## 3. Aspects budgétaires

### 3.1. Bilan des années 2012 et 2013

La FED CLYM est portée par l'INSA et depuis 2012 gérée sur un compte 'Recherche' en pluriannuel. Les **recettes** sont de 3 types :

- une subvention, donnée par l'INSA de Lyon sur son budget quadriennal, et qui se monte à environ 30 k€. Cette dotation a été revalorisée à la hausse de 2012 à 2013.
- Les recettes provenant des partenaires, qui se présentent sous 3 formes : (i) une cotisation annuelle, (ii) les rentrées liées à l'utilisation des microscopes par les utilisateurs, (iii) d'éventuelles prestations gérées directement par CLYM.
- Des appels de fond 'exceptionnels' pour parer des situations déficitaires (pannes importantes, décision d'investissement).

Ces recettes ont vocation à compenser les **dépenses** que l'on peut classer sous 2 grandes catégories :

- Les dépenses de Fonctionnement, principalement constituées des contrats d'entretien (onéreux) des microscopes, mais comprenant également les consommables (gaz notamment) et les pannes ou réparations, un poste qui peut très largement fluctuer d'une année sur l'autre.
- Les dépenses d'Equipement liées aux éventuelles acquisitions d'accessoires ou d'appareillages décidées par vote en Conseil de gestion (cf. **partie C : Projet scientifique pour la période 2016-2020, §2**).

Les bilans des années 2012 et 2013 sont portés dans les **tableaux 2 et 3** ci-dessous ; ils appellent les commentaires suivants :

- Sur demande des partenaires, le mode de calcul des parts 'cotisations' et 'utilisations' constituant l'essentiel des recettes a changé entre 2012 et 2013. Basé sur la règle de compenser les dépenses avec une répartition 1/3 – 2/3 respectivement pour 'cotisation' et 'utilisation', le mode de calcul antérieur à 2013 conduisait à des coûts fluctuants des sessions des microscopes, et pénalisait les 'petits' partenaires qui consomment peu de temps de faisceau. Le nouveau système comprend des prix fixes de sessions sur les instruments (mais révisables), et une cotisation plus modique (néanmoins ré-évaluable, d'une certaine manière, au travers d'appels de fond exceptionnels)..
- Dans les recettes apparaît la contribution des expériences réalisées dans le cadre de METSA (cf. §.2.3.2) et financées par le CNRS.
- Comme on peut le voir sur les 2 années, les budgets sont fluctuants en raison notamment des décisions d'achats d'équipements : systèmes EDX SDD pour l'ESEM, et FIBICS pour le FIB en 2012, et filtre en énergie 'GIF' pour l'EtTEM en 2013 (environ 175 k€ financés par CLYM avec des contributions exceptionnelles de certains membres, et environ 75 k€ financés par la FR3411 CNRS 'Collegium Ingénierie et Interfaces à Lyon' (C2I@L), pilotée par Joël COURBON (MATEIS, INSA de Lyon). IL y a par ailleurs une tendance à la hausse des dépenses, et ceci sera encore plus sensible sur les exercices 2014 et 2015 car les contrats d'entretiens des derniers équipements FIB et EtTEM auront démarré (le premier contrat pour l'EtTEM a été provisionné sur 2013).

## COMPTA CLYM 2012 (HT)

libellé	Dépenses	Recettes	libellé
Bilan 2013 (exercice 2012)		46 258.2 €	solde antérieur (report)
contrats maintenance (+ arriéré Air Liquide)	72 213.3 €	29 846.8 €	dotation FED
pannes / réparations (climatisation, platine chauffante,...)	38 844.4 €	6 200.1 €	apport METSA (CNRS)
acquisition EDX SDD ESEM	57 408.0 €	8 214.2 €	prestations
acquisition FIBICS	47 840.0 €	64 672.0 €	cotisations des partenaires
régularisation comptable	5 000.0 €	129 344.0 €	recettes de consommation des partenaires (hors avances)
acquisition logiciel de traitement 3D	7 336.3 €		
consommables + missions	6 313.0 €		
fourniture gaz	12 214.1 €		
<b>TOTAL Dépenses</b>	<b>247 169.1 €</b>	<b>284 535.3 €</b>	<b>TOTAL Recettes</b>
<b>Solde 2012</b>	<b>37 366.3 €</b>		

## COMPTA CLYM 2013 (HT)

libellé	Dépenses	Recettes	libellé
Bilan 2014 (exercice 2013)		37 366.3 €	solde antérieur (report)
contrats maintenance	60 880.5 €	37 625.0 €	dotation FED
avance IRCELYON "METET"	5 205.5 €	12 443.4 €	apport METSA (CNRS)
contribution ILM "Topcon"	2 702.0 €	25 591.8 €	Divers (avances labos, prestations)
inauguration EtTEM hors "Comm" + cocktail	13 291.4 €	8 333.3 €	subvention FEI
1ère facture GIF 2013	65 062.7 €	66 889.6 €	préciput ANR pour 2° tranche du GIF
2ème facture GIF 2014	110 000.0 €	30 000.0 €	appel de fond "GIF" (IRCELYON, ILM)
consommables + missions	549.5 €	6 467.2 €	Droit d'entrée LHC : 50 % facture moyenne partenaire "n-1"
réparations	1 581.2 €	10 635.0 €	apport formations CNRS "FIB et MET"
fourniture gaz	11 425.3 €	107 817.7 €	recettes de consommation des partenaires (hors avances)
Provision EtTEM 2014 "EN ATTENTE"	98 509.6 €	38 610.1 €	appel de fond exceptionnel (reconstitution "avance LHC")
<b>TOTAL Dépenses</b>	<b>369 207.7 €</b>	<b>381 779.5 €</b>	<b>TOTAL Recettes</b>
<b>Solde 2013</b>	<b>12 571.8 €</b>		

Tableaux 2 et 3 : présentation budgétaire des exercices financiers 2012 et 2013 de la FED CLYM.

### 3.2. Financement des gros équipements acquis dans les 5 dernières années

A l'origine, c'est le contexte des recherches "nano- et multi-matériaux" menées par les laboratoires de la COMUE (ex-PRES) Université de Lyon (Lyon – St-Etienne) qui a conduit nombre d'entre eux de se fédérer pour mutualiser leurs moyens et connaissances en matière de caractérisation structurale, micro- et nanostructurale jusqu'à l'échelle atomique. Le 'GIS' initial CLYME (Consortium Lyonnais de Microscopie Electronique, créée en 1998) s'est transformé en fédération **CLYM** (Centre Lyonnais de Microscopie, que nous rebaptisons Consortium Lyonnais-stéphanois de Microscopie) à l'aube du lancement du Contrat de Plan- État-Région 2007-2013. CLYM a ainsi porté un projet ambitieux dans le cadre de ce CPER : l'ensemble des pages précédentes ont donné de nombreuses illustrations de l'utilisation des 2 unités de microscopie à hautes performances ainsi été acquises, le microscope double-colonne électronique / ionique FIB (*Focused Ion Beam*), équipé de nombreux accessoires analytiques et installé en 2010, et le microscope électronique en transmission environnemental TITAN ETEM (le Ly-EtTEM), installé début 2013. Ce projet a été cofinancé par la **Région Rhône-Alpes**, l'**Institut de Chimie du CNRS**, la **communauté urbaine du Grand Lyon** et le ministère de la recherche au travers de la DRRT (**Délégation régionale de la Recherche et**

**de la Technologie**)<sup>3</sup>. Pour le *FIB*, le budget s'élève à 1,60 million d'euros (gestion TTC) apporté par la Région (1,1 M€) et la DRRT (0,5 M€) ; pour l'*EtTEM*, c'est un budget de 2,82 millions d'euros (gestion HT) qui a été apporté par la Région, le Grand Lyon et le CNRS. Un apport complémentaire du laboratoire IRCELYON a permis de compléter le coût de construction d'un local dédié au microscope, et répondant à des normes d'installation sévères pour garantir les performances optimales permises par le microscope en mode environnemental et à l'échelle atomique. D'autres apports ont permis de compléter le budget pour acquérir des accessoires indispensables à l'analyse chimique (spectroscopies *EDX* et *EELS* - filtre en énergie '*GIF*' -).

Le montage financier de ce projet est résumé dans le **tableau 4**.

Versements des institutions	instruments (dates d'achat)	
	<i>FIB</i> (2009) <sup>1</sup>	<i>EtTEM</i> (2011) <sup>2</sup>
<b>DRRT</b>	418 060 €	
<b>Région Rhône-Alpes</b>	804 426 €	737 906 €
<b>GrandLyon</b>		1 000 000 €
<b>CNRS</b>		1 078 596 €
<b>dotation spécifique INC CNRS</b>		50 000 €
<b>totaux</b>	<b>1 222 486 €</b>	<b>2 866 502 €</b>
coût réel instrument	1 223 000 €	2 379 815 €
coût installation / bâtiment <sup>3,4</sup>	33 204 €	623 485 €
coût <i>EDX-SDD EtTEM</i> <sup>4</sup>		99 775 €
coût Filtre en énergie ' <i>GIF</i> ' <sup>5</sup>		250 000 €
<b>Coût réel opération</b>	<b>1 256 204 €</b>	<b>3 353 075 €</b>

**Tableaux 4** : financement du projet CLYM-CPER (montants HT).

<sup>1</sup>*FIB* acheté en 2009 (marché de l'INSA de Lyon) et installé (site INSA de Lyon) – réceptionné en 2010.

<sup>2</sup>*EtTEM* acheté en 2011 (marché du CNRS) et installé (site IRCELYON, UCBL-CNRS) – réceptionné en 2013.

<sup>3</sup>le *FIB* a été installé dans des locaux mis en conformité pour un montant de 33 204 € dont 23 000 € directement supportés par MATEIS.

<sup>4</sup>le bâtiment de l'*EtTEM* (attenant au bâtiment Prettre abritant IRCELYON) a été en grande partie financé par le budget du CPER mais complété par un apport additionnel de 236 573 €, dont 216 000 € directement supportés par IRCELYON.

<sup>5</sup>le filtre en énergie qui équipe l'*EtTEM* a été financé par les partenaires du CLYM pour un montant de 175 063 € (cf. tableau 3), dont 66 690 € directement supportés par MATEIS), et par une subvention de la FR CNRS C21@L (74 937 €)..

## C. Projet scientifique pour la période 2016-2020

### 1. Projet scientifique et effets structurants

#### 1.1. Stratégie du CLYM en matière de projets scientifiques

Le propre d'une Fédération de recherches est de mettre en commun des compétences, des moyens, une expertise particulière sur un ou plusieurs domaines de recherche partagés entre ses partenaires. C'est, comme cela été indiqué dans la première partie, le rôle et les missions du CLYM en matière de microscopie électronique 'avancée' (c'est-à-dire une approche de microscopie complémentaire à celle menée par les membres, mais allant plus loin grâce en particulier à l'acquisition d'instruments 'state-of-the-art' que les laboratoires ne peuvent ni acquérir ni gérer à titre individuel).

Dans ce contexte, il serait déplacé que la FR se substitue à ses membres pour porter leurs projets de recherches. Par contre, elle n'aurait que peu de valeur ajoutée si elle se contentait d'un rôle de 'service' ou de mise à disposition de moyens.

CLYM est un très bon exemple d'une politique de mutualisation de moyens et de compétences, qui génère de surcroît nombre de collaborations internes entre les unités partenaires.

Le principal effet structurant qu'induit CLYM est lié à la convergence des recherches en Sciences des Matériaux (au sens large) pour lesquelles les équipements de microscopie permettent de lever des verrous sévères. UN autre effet structurant attendu dans les 2

<sup>3</sup> Le budget complet du CPER est de près de 4,28 M€ : 1,7 M€ de la Région Rhône-Alpes, 1,58 M€ de l'Etat (1,08 M€ CNRS, 0,5 M€ DRRT) et 1 M€ du Grand Lyon.

prochaines années est l'organisation du prochain Congrès Européen de Microscopie à Lyon (EMC2016, voir **partie A : Rapport scientifique §.2.3.2**).

Nous allons citer ici quelques exemples de programmes de recherche projetés, actés et/ou déjà engagés qui attestent de cette approche collaborative et mutualisée. Ils reposent, pour la plupart, sur l'intérêt thématique initial d'un ou de plusieurs partenaires sans un sujet de recherches particulier où un équipement spécifique du CLYM permet la faisabilité ou une avancée significative comme par exemple :

- La **tribologie sous microscopie électronique à balayage** et en conditions environnementales (voir ci-après, **§.1.2**)
- **Nano Sciences** : avancées permises par l'outil *FIB* (approche initiée dans la période écoulée mais en voie de développement, cf. **§.1.2.3** de la partie précédente **Rapport scientifique**).
- La **microscopie environnementale : approches 'operando'** (ci-dessous, **§.1.3**)
- **Vers la nano-déformation in situ quantitative en MET environnemental** (ci-dessous, **§.1.4**)
- **Nouvelles tomographies électroniques** (ci-dessous, **§.1.5**)
- **AFM en mode électrique** (ci-dessous, **§.1.6**)

Il est important de rappeler ici que CLYM n'a pas de personnels en propre, et c'est une demande récurrente que nous formulons auprès des tutelles pour garantir au moins un minimum de suivi techniques des instruments mutualisés. Dans ce contexte, la Fédération s'attache avant tout à impulser des collaborations entre partenaires par la mise à disposition, le maintien voire le développement des performances de ses instruments. A ce titre, l'organisation structurelle de CLYM est très importante, et elle sera décrite au **paragraphe 2**. Au stade ultime de cette stratégie, CLYM est le cadre privilégié pour proposer des projets de nouveaux équipements ambitieux ; un bilan synthétique et prospectif sera proposé en conclusion de cette partie (**§. 3**).

## 1.2. Divers nano-laboratoires dans un microscope électronique à balayage

### 1.2.1. Tribomètre alternative dans un microscope à balayage en mode environnemental (LaMCoS - contact Sylvie DESCARTES -, MATEIS)

La résolution de nombreux problèmes physiques s'appuie désormais sur une approche alliant **échelle d'investigation réduite** (inférieure au  $\mu\text{m}$ ), et suivi des événements en **temps réel et in situ**. L'INSA de Lyon est pleinement reconnu dans cette dynamique novatrice avec les dispositifs d'études locales conçus ces dernières années (platines de  $\mu$ -tomographie, de  $\mu$ -traction à haute température...). Une platine **d'essais tribologiques** implantable dans le Microscopie Electronique à Balayage (MEB) permettrait de conforter encore cette avance.

La thématique scientifique du projet concerne la dégradation des surfaces en contact et en déplacement relatif. De la **nature physico-chimique** de la zone de **contact** (aérée, hydratée, ouverte, confinée...) découlent en effet le plus souvent les propriétés de frottement résultantes (abrasif, lubrifié...), conditions qu'il convient alors de maîtriser. Le verrou technologique qu'il s'agit de lever réside dans l'observation fine du contact, difficile d'accès car confiné, et variable dans le temps et selon l'environnement. Le dispositif expérimental, objet de la présente demande, devrait permettre d'étudier les mécanismes de dégradation induits par le milieu (corrosion, passivation...), conjugués à une sollicitation d'ordre mécanique (pression, cisaillement). Le projet consiste à concevoir un **tribomètre alternatif** implantable dans la chambre d'un **MEB** opérant en mode **conventionnel et environnemental**. La chimie de surface en cours d'endommagement sera étudiée à deux échelles complémentaires, par spectrométrie **X** au sein du MEB et par **spectroscopie Raman** à l'ambiante.

Le caractère novateur réside à la fois dans la modification à façon, lors de l'expérience, de l'environnement (vide, inerte ou réactif), mais aussi par thermorégulation du tribomètre d'étudier à l'échelle micrométrique l'influence d'une lubrification liquide ou solide du contact, souvent controversée. De plus, ce même mode hydraté ouvre également des perspectives inédites dans l'étude microscopique des **biomatériaux** sollicités en environnement physiologique (os, dent...), voire dans l'étude du comportement cellulaire de tissus mous frottés (dynamique du biofilm, évolution des populations cellulaires...). Nous devrions aboutir à une meilleure compréhension du comportement tribologique en conditions sévères de matériaux divers : revêtements céramiques durs, lubrifiants solides, matériaux du vivant... Ce projet s'inscrit évidemment dans le cadre de l'utilisation des moyens du CLYM.

### 1.2.2. Microscopie thermique à sonde local (*SThM*) dans l'ESEM (CETHIL - contact Séverine GOMES)

Bien que de nombreuses avancées aient été réalisées ces dix dernières années dans le domaine de la micro et nanothermique, le transfert de chaleur entre deux objets dont l'un au moins est de taille micro ou nanométrique reste encore mal compris. La microscopie thermique à sonde locale (*SThM* pour *Scanning Thermal Microscopy*) développée par le **CETHIL** depuis plus de dix années est une technique dérivée de la microscopie à force atomique (*AFM*), qui met en interaction une pointe-sonde thermique chauffante de dimensions (sub-) micrométriques avec la surface de l'échantillon à analyser. Cette microscopie est tout à fait adaptée à l'étude expérimentale des mécanismes de transfert thermique entre deux objets aux micro- et nanoéchelles. Une investigation poussée de ces mécanismes avec cette méthode exige toutefois la réalisation d'expériences avec des échantillons de référence et sous différentes conditions environnementales totalement maîtrisés. Pour répondre à ces exigences, un *SThM* compatible avec le microscope *ESEM-FEG FEI XL30* est actuellement en cours de développement par le **CETHIL** dans le cadre du projet européen FP7-NMP-2013-LARGE-7 *QUANTIHEAT*<sup>4</sup> qui a débuté en décembre 2013. Cette réalisation, originale en thermique, bénéficie des conseils avisés de Pierre ALCOUFFE et Annie MALCHERE

<sup>4</sup> FP7-NMP-2013-LARGE-7 *QUANTIHEAT*: *QUANTI*tative scanning probe microscopy techniques for *HEAT* transfer management in nanomaterials and nanodevices (coordonnateur scientifique: Séverine GOMES, Centre d'Energétique et de Thermique de Lyon - **CETHIL** -).

(membres de l'équipe microscope *ESEM* au CLYM). La combinaison des deux appareillages (*SThM* et *SEM*) permettra et facilitera l'analyse du transfert thermique au nanocontact pointe-échantillon pour diverses nanopointes-sondes *SThM* et surfaces. Le transfert thermique via un ménisque d'eau pouvant se former à ce nanocontact sera plus particulièrement étudié en fonction de la température de la pointe.

### 1.3. Suivi environnemental des évolutions structurales et physico-chimiques des matériaux : vers une approche operando jusqu'à l'échelle atomique

L'acquisition de l'*EITEM* par le CLYM ouvre de nouvelles perspectives dans l'étude des matériaux. En effet, il devient possible d'étudier la réactivité d'objets à l'échelle atomique en effectuant des expériences sous gaz et en température. Les détecteurs (*STEM*, *EDS*, *EELS*) permettent de suivre la structure chimique locale en temps réel.

Une première collaboration 'intra-CLYM' a démarré en septembre 2013 entre **IRCELYON**, **ILM** et **MATEIS** au travers d'une thèse en co-encadrement (Julien RAMADE). Il s'agit d'étudier la structure de catalyseurs bimétalliques (à base Ag@In par exemple) en fonction de leur atmosphère environnante afin de comprendre leurs propriétés catalytiques et optiques.

Un second champ d'applications essentiel de l'*EITEM* est naturellement l'étude de la réactivité des surfaces (nanoparticules) pour des applications en catalyse. A l'heure de la rédaction de ce rapport, plusieurs projets ANR ont été déposés (en particulier par **IRCELYON**), et plusieurs expériences préliminaires ont déjà été réalisées sur ce sujet (par exemple : **partie A : Rapport scientifique §.1.2.1.4** : combustion de suies sur la surface de particules de zircon ; d'autres études ont également été menées à l'échelle atomique sur la mobilité atomique sur les facettes cristallographiques de la cérine CeO<sub>2</sub> en fonction de l'atmosphère – vide, CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> -<sup>5</sup>).

Les possibilités de l'*EITEM* intéressent également l'équipe "Spectroscopie et Nanomatériaux" de l'**INL**, qui développe des nanoparticules et nanofils de semi-conducteurs (oxydes ou autres) réactifs afin de concevoir de nouveaux capteurs optiques environnementaux ou pour les systèmes biologiques. Ces sujets impliquent un besoin croissant de caractérisation en environnement proche des conditions réelles. Outre les modes *HRTEM* et *EDS* déjà largement exploités, l'équipe tirera profit de l'équipement unique qu'est l'*EITEM* afin d'étudier ces nano-objets en environnement gazeux contrôlé et de manière dynamique. L'**INL** a par ailleurs effectivement des souhaits de recherche collaborative dans le domaine des dispositifs électroniques, afin de relier à l'échelle nanométrique et pour des dispositifs de complexité croissante, les propriétés matériaux, les morphologies des dispositifs et les performances électriques mesurées. Nous nous intéressons à des technologies émergentes alternatives à la technologie *CMOS*, tout particulièrement les transistors à un électron ou les briques de base qui le constituent, e.g. la jonction métal/oxyde/métal, intégration d'îlots nanométriques dans un diélectrique. Ces développements sous-tendent un besoin d'imagerie structurale (*HRTEM*), de cartographie élémentaire (*EDS*...) à l'échelle nano, voire sub-nanométrique, qui devrait être partiellement rempli par l'*EITEM* en mode 'conventionnel' mais corrigé des aberrations.

### 1.4. Vers la nano-déformation in situ quantitative en Microscopie électronique environnementale

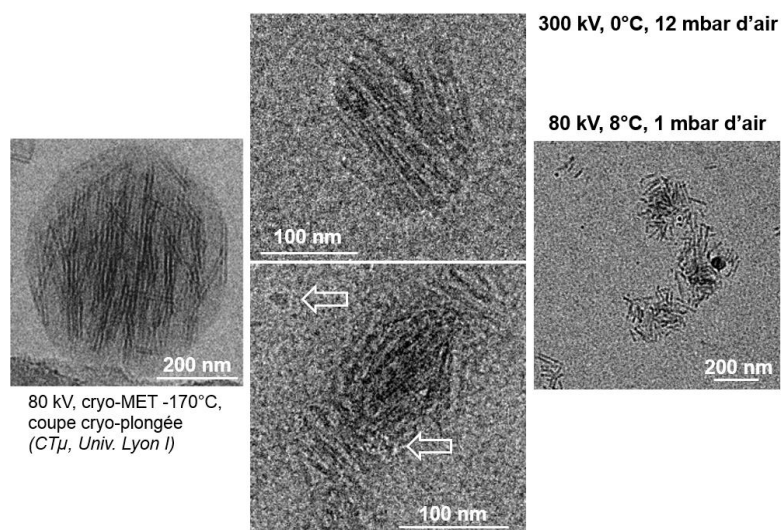
Les approches, déjà en partie collaboratives, des laboratoires LTDS et MATEIS en matière de nano-compression in situ de nanoparticules en MET (voir **partie A : Rapport scientifique §.2.1.4** et **2.1.1** respectivement) ont montré l'intérêt de cette approche dans la compréhension des mécanismes de déformation de nanoparticules. La disponibilité de l'*EITEM* permet d'entrevoir d'étendre ce type d'expérimentations (nano-compression mais aussi frottement ou '*scratch test*' pour applications en tribologie) sous conditions de gaz. Il s'agit, par exemple, de comparer le comportement des matériaux lorsqu'ils sont sollicités sous vide (dans un MET traditionnel) ou sous pression partielle de gaz, notamment oxydante ou réductrice, et ce, afin de se rapprocher des conditions réelles de sollicitations (approches dites 'operando'). Ces perspectives en MET complètent d'ailleurs les projets en cours de développement dans le MEB *ESEM*, où la même stratégie est entreprise par **LaMCoS** et **MATEIS** (réalisation d'un tribomètre compatible avec le mode environnemental, cf. **§.1.2.1** ci-dessus). La mise au point récente d'une machine de traction chauffante dans l'*ESEM* au sein du laboratoire **MATEIS** (en collaboration avec le **LaMCoS**) permettra ainsi d'étudier des synergies entre la déformation mécanique et un environnement agressif (gaz ET température ; voir **§. 1.2.2.a**) de la **partie B**).

Ce projet implique le développement et d'acquisition d'un porte-objet spécifique de nano-compression, avec mouvement latéral pur 'frottement', compatible avec l'*EITEM* et son mode environnemental. Des discussions sont en cours avec un constructeur particulièrement intéressé par une collaboration, et des projets sont en cours de soumissions dans divers AAPs. Les études projetées concernent notamment l'effet de l'environnement, oxydant ou réducteur, sur la réponse mécanique de NPs de types oxydes (alumine, cérine, zircon par exemple) : on peut s'attendre en effet à une influence importante de la nature de l'atmosphère environnante sur l'initiation et la propagation des défauts responsables de la déformation et de la rupture (dislocations, fissures), avec des implications importantes dans de nombreux domaines d'applications (surfaces en contact - frottement, tribologie, frittage -, matériaux biocompatibles - prothèses -).

Dans ce contexte, une partie très prospective concerne la MET Environnementale en milieu humide, à l'instar des développements déjà mentionnés en *Wet-STEM* dans l'*ESEM*. Ce projet (*en gestation* car possiblement lié au succès d'une candidature 'entrant CNRS sur un poste CR2' en section 15 au laboratoire MATEIS) concerne la mise en œuvre d'une microscopie 'en milieu humide' dans le microscope environnemental. Cette approche est complémentaire des observations aujourd'hui possible en cellule fermée : des porte-objets spéciaux sont disponibles commercialement depuis peu ; ils reposent sur des technologies de type *MEMS* et sont compatibles avec la pression atmosphérique, ce qui permet l'observation en liquide sans diminuer la pression (techniquement, la pression maximale admissible dans l'*EITEM* étant limitée à 20 mbar, un refroidissement de l'échantillon à quelques degrés C seulement est nécessaire pour espérer conserver

<sup>5</sup>Ce travail est en cours est par souci de concision nous ne le détaillons pas ici.

l'eau à l'état liquide dans le microscope, comme cela est déjà pratiqué dans l'ESEM). Nous visons donc un mode hydraté et/ou sous atmosphère humide (cf. **figure 17**). En complément, nous envisageons de proposer des projets dans le cadre d'appels à projets suffisamment dotés pour permettre l'achat d'un porte-objet dédié à cellule fermée à pression atmosphérique (donc compatible avec un mode liquide sans diminuer la température).



**Figure 17** : latex (polymère P(AA-co-ABu)-b-P(MA-co-ABu)-TTC + 'filaments' d'imogolite observé en MET environnementale ETEM avant filmification.

A gauche : image de référence en mode 'cryo' (après congélation rapide) à 80 kV. Au milieu (haut et bas) : images enregistrées en mode environnemental dans l'ETEM : la microstructure des particules de latex avec les filaments d'imogolite est comparable à celle de la référence ; les flèches en bas pointent l'initiation de dommages par irradiation (hydrols enduite par le faisceau d'électrons). A droite : début de la filmification après remontée en température et en pression (conditions thermodynamiques ne permettant plus l'observation de liquide). Micrographie T. EPICIER et coll., présentée devant la section 15 par un candidat lors du concours CR2 2013.

## 1.5. De nouvelles tomographies électroniques

### 1.5.1. Tomographie en milieu humide à l'ESEM

Le laboratoire MATEIS a été pionnier dans le développement du mode *Wet-STEM* sur le microscope ESEM XL30 du CLYM, avec lequel des objets en suspension dans un liquide peuvent être observés sans préparation préalable. Un des principaux avantages de ce mode, en comparaison des dispositifs commerciaux proposés depuis (cellule liquide fermée) est qu'il permet le suivi de la microstructure lors de la condensation ou l'évaporation *in situ* du liquide.

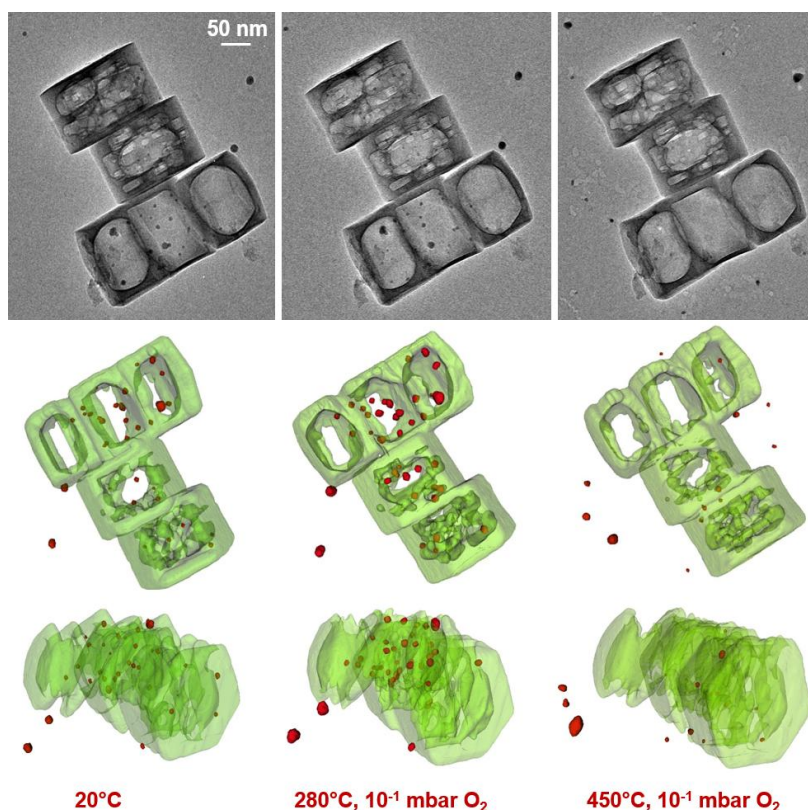
Ce développement majeur, entrepris il y a plusieurs années, a été ralenti suite au décès d'A. BOGNER qui avait développé cette approche durant sa thèse (INSA, 2006). L'utilisation du mode *Wet-STEM* en ESEM est néanmoins maintenant bien établie et plusieurs publications sont citées dans ce dossier (voir également : [DEVILLE S., MAIRE E., BERNARD-GRANGER G., LASALLE A., BOGNER A., GAUTHIER C., LELOUP J., GUIZARD C., Metastable and unstable cellular solidification of colloidal suspensions, *Nature Materials*, 8(12), (2009) 966-972 ; JORNSANOH P., THOLLET G., FERREIRA J., MASENELLI-VARLOT K., GAUTHIER C., BOGNER A., Electron tomography combining ESEM and STEM: a new 3D imaging technique, *Ultramicroscopy* 111 (2011), 1247-1254). Le groupe SNMS de MATEIS compte finaliser ce développement lors du prochain quinquennal. Cela permettra alors d'acquérir des spectres et des cartographies EDS de la suspension. En outre, un nouveau prototype de tomographie dans l'ESEM avait été développé dans la période 2009-2014, et des premiers résultats encourageants ont pu être obtenus [K. MASENELLI-VARLOT, A. MALCHERE, J. FERREIRA, H. HEIDARI MEZERJI, S. BALS, C. MESSAOUDI, S. MARCO, Wet-stem tomography : principes, potentialities and limitations, *Microscopy and Microanalysis*, 20 (2014), 366-375, <http://dx.doi.org/10.1017/S1431927614000105>]. L'implémentation d'une platine Peltier a montré qu'il est possible de caractériser en 3D des objets hydratés *in situ*. Une thèse (J. XIAO) a débuté en octobre 2013, avec pour but de mieux comprendre les contrastes et leur évolution lors d'une acquisition tomographique, et d'étudier la possibilité d'effectuer des caractérisations 3D d'objets en suspension dans un liquide.

### 1.5.2. Tomographie rapide en conditions environnementales à l'EtEM

On vise ici à explorer les possibilités de '3D temps réel', ou **tomographie rapide en mode environnemental** (sous gaz et en température) dans le microscope EtEM. L'idée est de suivre l'évolution morphologique d'un nanomatériau en cours de chauffage et/ou sous l'influence d'une atmosphère réactive, comme par exemple les modifications morphologiques d'un support de catalyseur en température, la calcination de résidus organiques dans la réalisation de mésoporeux, le 'faceting' d'une nanoparticule sous pression partielle de gaz.

Evidemment cet objectif requiert d'enregistrer les séquences tomographiques de manière très rapide. Nous n'ambitionnons pas un suivi en temps réel, mais les expériences de faisabilité d'acquisition nano-tomographique de *quelques minutes* en conditions environnementales constituent à ma connaissance une première, et nos résultats très positifs (cf. **figure 18**) ont donné lieu à une conférence orale au dernier congrès mondial de microscopie IMC2014, issue d'une collaboration MATEIS-IRCELYON (T. EPICIER, L. ROIBAN, S. LI, M. AOUINE, F.C. SANTOS AIRES, A. TUEL, D. FARRUSSENG, *Proceed. IMC 2014*, (18<sup>th</sup> International Microscopy Conference), Prague, Czech Rep., 7 - 12 August 2014, ISBN 978-80-260-6720-7), et ont permis de mettre en place une thèse sur le sujet en collaboration avec IFP Energies Nouvelles, qui démarre en 2014. L'approche est très transverse au niveau du CLYM avec la participation potentielle de très nombreux partenaires, en particulier IRCELYON, MATEIS, ILM.

Dans ce contexte, nous allons nous attachons à améliorer la phase expérimentale d'acquisition, et un projet d'acquisition d'un porte-objet chauffant à grande latitude d'inclinaison (pour la tomographie 'iltée') et compatible 'environnemental' est à l'étude.



**Figure 18** : suivi tridimensionnel de 'cages' de silicalites encageant des nanoparticules d'argent (système destiné à des applications de catalyse sélective ; thèse en cours de S. LI dans le groupe "Ingénierie" d'IRCELYON). Nous avons suivi la calcination de la silice mésoporeuse in situ en *ETEM* (chauffage jusqu'à 500°C sous pression partielle d'oxygène) et avons réalisé 3 acquisitions de séries inclinées pour reconstructions tomographiques respectivement à 20, 280 et 450°C. Les modèles 3D ont ainsi été calculées (algorithme OSART) à partir d'images acquises en continu respectivement en 2'01", 1'46" et 1'56". A température intermédiaire, on met en évidence la diminution du nombre de particules d'argent par coalescence (la tomographie permet une analyse 3D et un bilan de matière indiquant la conservation exacte de la quantité d'argent). A 450°C, toutes les nanoparticules d'argent présentes à l'intérieur des 'cages' ont été oxydées en un oxyde instable à haute température, qui se décompose ainsi quasi-instantanément (T. EPICIER, et al., *IMC 2014*).

## 1.6 . AFM en mode électrique

Concernant l'AFM, une perspective est d'"upgrader" l'équipement actuel (Nanoscope V-3100) par un microscope Bruker nouvelle génération, ce qui permettrait à l'INL de développer l'étude KPFM des nanostructures et des systèmes cœur/coquille et/ou nanofils sur AFM à l'air (nouvel appareillage Bruker) et sur Omicron UHV (mode à développer)

Par ailleurs, la platine de Dimension 3100 a été modifiée de manière à pouvoir accueillir des composants électroniques en fonctionnement (sous boîtier). Le but est de faire de la caractérisation des composants en fonctionnement avec la pointe AFM servant d'électrode supérieure. L'objectif est de réaliser des mesures en pompage de charge. Dans le cadre de la thèse d'Antonin GRANDFOND (INL), les échantillons et les premières expériences de faisabilité ont été effectuées et seront bientôt publiées.

En parallèle, les mesures des couches minces diélectriques seront poursuivies et développées, notamment grâce à l'achat par l'INL d'un système de suivi de la fréquence de résonance de contact (*Dual Frequency Resonance Tracking – DFRT*) adaptable sur le dimension 3100 et sur un autre instrument (NTEGRA), et qui permettra de mesurer les propriétés ferroélectriques des couches minces ferroélectriques avec un rapport signal sur bruit accru sans artefact. Une formation à ce mode sera proposée dans le cadre des formations CNRS.

Enfin, les mesures capacitives seront poursuivies avec le développement de nouvelles pointes AFM blindées, dont une première version (intégrant une couche d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> déposée par *Atomic Layer Deposition*) est actuellement testée pour des mesures en *Scanning Capacitance Microscopy*, avec l'objectif de réduire considérablement la capacité parasite qui grève les mesures de ce type.

## 2. Organisation de la structure fédérative

### 2.1. Fonctionnement global

Le fonctionnement de la FED CLYM peut être très brièvement illustré par le schéma de la **figure 19**. La gouvernance est organisée autour d'un conseil de gestion, comprenant les D.Us des laboratoires partenaires et des représentants : de la COMUE 'Université de Lyon' (VP Recherche de l'INSA de Lyon), du CNRS (DR7), des partenaires industriels et des 'Equipes-Microscopes' (voir §.2.2) ; il est présidé par le responsable de la Fédération.



Comme toute structure aujourd'hui, CLYM s'est doté d'un site web administré en grande partie par David ALBERTINI ([www.clym.fr](http://www.clym.fr)). Ce site comprend quelques informations sur les instruments, des actualités, un lien vers un logiciel de réservation des microscopes accessible par internet, et les 'bulletins d'information' (CLYM-INFO) diffusés avec une fréquence trimestrielle, voire semestrielle auprès des utilisateurs (21 numéros parus à ce jour).

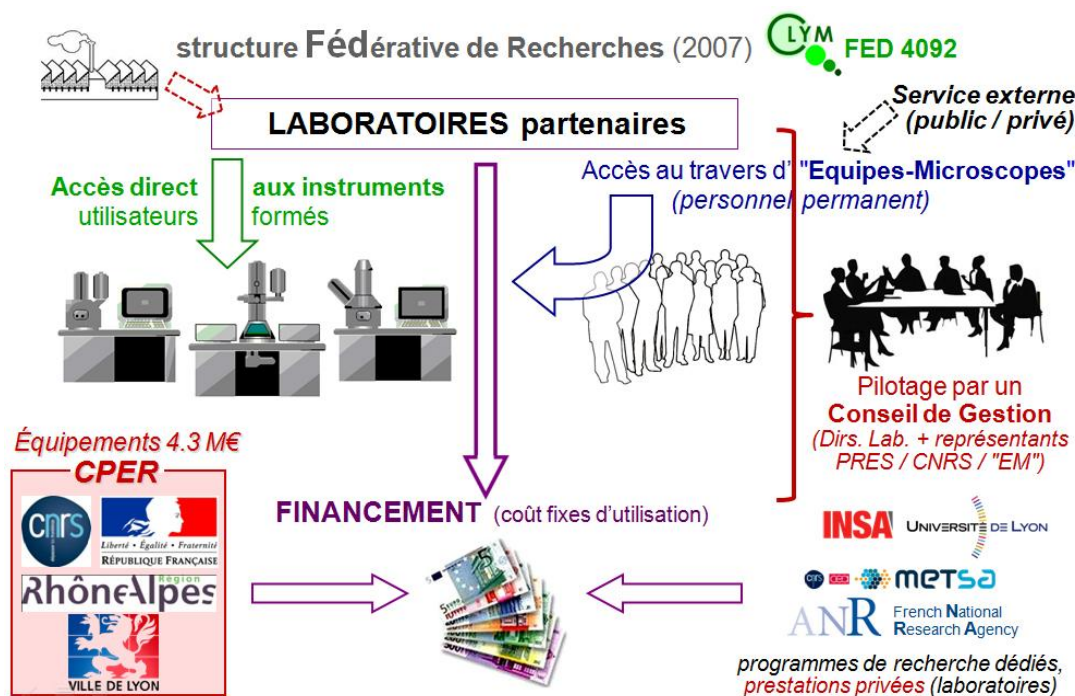


Figure 19 : synoptique illustrant l'organisation de la FED CLYM. En bas à gauche est représenté le possible financement extérieur des pouvoirs publics lors d'apports exceptionnel (comme dans le cas du CPER 2007-203).

## 2.2. Rôle des personnels : 'Equipes-Microscopes' gérant les instruments

Un élément très important qui conditionne le bon fonctionnement du CLYM est l'Equipe-Microscope, ou plutôt les **Equipes-Microscopes**, constituées de permanents 'volontaires' des unités partenaires, qui gèrent les différents instruments avec un triple rôle :

- Formation des utilisateurs (y compris accompagnement, encadrement, et assistance dans la durée)
- Gestion technique des microscopes, et notamment interfaçage avec les ingénieurs d'intervention dans le cadre des contrats d'entretien avec les constructeurs
- Développement d'expériences spécifiques et impulsion des développements avancés.

Le **tableau 5** donne la constitution des Equipes-Microscopes (EM) en 2014. En sus de ces personnels, les personnels administratifs de MATEIS (Erika SATTler, responsable de la gestion) et Alexandra PODGOURSkaIA (secrétaire du groupe SNMS) participent à la gestion pour de l'ordre de 20 % Equivalent Temps Plein ; l'ensemble de ce personnel représente environ **4 à 5 ETPs**.

Ces éléments font apparaître plusieurs **faiblesses** dans l'organisation du CLYM :

- (i) Plusieurs instruments sont gérés par des personnels émanant d'un seul partenaire (AFM, JEOL 2010F), ce qui n'est pas idéal dans un contexte mutualisé ou la solidarité joue un rôle très important à tous les niveaux (partage des tâches - notamment techniques -, responsabilisation, motivation dans les équipements à financer).
- (ii) Certaines équipes sont trop peu nombreuses (FIB, JEOL 2010F) eu égard aux responsabilités et à la technicité des microscopes.

Ces 2 constats ont 2 causes : d'une part, la complexité grandissante des appareils rebute certains utilisateurs, qui non seulement ne souhaitent pas s'investir dans la gestion des instruments, mais souhaitent de surcroît faire prendre en charge leurs expériences par les membres des EMs ; d'autre part, nous manquons de personnel et en l'occurrence CLYM ne dispose d'aucun personnel en propre.

## 2.3. Principaux éléments de la Convention de Fonctionnement entre les unités de recherche fédérées

Jusqu'en 2013, le CLYM était géré sur la base d'un Règlement Intérieur signé par l'ensemble des D.Us des entités partenaires (la dernière version actualisée remonte à 2009). Divers changements nous amènent à reconsidérer ce texte.

- Un nouveau partenaire rentre dans la structure en 2014 (laboratoire LHC de St-Etienne, dont les activités liées à CLYM sont brossées en **partie B**, §.2.1.8)

Microscope	personnel	statut	laboratoire
AFM	David ALBERTINI	Ingénieur CNRS	INL
	Philippe HAMOUMOU	Ingénieur contractuel (INSA)	INL
JEOL 2010F	Annie MALCHERE	Ingénieur CNRS	MATEIS
	Sphie CAZOTTES	MCF	MATEIS
	Lucian ROIBAN	MCF	MATEIS
ESEM	Annie MALCHERE	Ingénieur CNRS	MATEIS
	France SIMONET	Ingénieur CNRS	IRCELYON
	Sylvie DESCARTES	Ingénieur CNRS	LaMCoS
	Pierre ALCOUFFE	Ingénieur CNRS	IMP
FIB	Thierry DOUILLARD	Ingénieur CNRS	MATEIS
	Nick BLANCHARD	Ingénieur Université	ILM
	Bertrand VAN DE MOORTELE*	Ingénieur CNRS	LGLTPE
EtTEM	Mimoun AOUINE	Ingénieur CNRS	IRCELYON
	Francisco Cadete SANTOS AIRES	Chercheur CNRS	IRCELYON
	Nick BLANCHARD	Ingénieur Université	ILM
	Cyril LANGLOIS	MCF	MATEIS
	Thierry EPICIER	Chercheur CNRS	MATEIS-IRCELYON**

 Tableau 5 : Equipes-Microscopes du CLYM (au 1<sup>er</sup> janvier 2014).

\*Bertrand VAN DE MOORTELE a malheureusement quitté toutes fonctions du fait d'une grave maladie qui s'est déclarée en mai 2014

\*\*double appartenance sur la période 2013-2014.

- Comme indiqué au §.3.1. de la **partie B**, le mode de facturation a changé (coûts fixes des sessions de microscopie depuis l'année 2014), ce qui impose de modifier les règles de financement et de calcul des cotisations des partenaires, ainsi que de redéfinir les tarifs d'utilisation des instruments. Ceci a été établi en accord entre l'INSA et le CNRS (février 2014) et les coûts de "sessions" sont présentés dans le **tableau 6**.

## Tarifs validés CA INSA

	EtTEM FEI TITAN	2010F TEM JEOL	ESEM FEI XL30	FIB Zeiss NVision 40	AFM Veeco Dimension V
Membre du CLYM : Coût marginal autonome, sans prise charge	350 €	167 €	125 €	209 €	42 €
Membre du CLYM : Coût marginal avec prise charge	475 €	292 €	250 €	334 €	167 €
Laboratoire CNRS ou EPST : Amortissement + Fonctionnement	1 215 €	420 €	281 €	1 149 €	168 €
Laboratoire EPIC : Coût Complet (Mode Haut Vide)	1 417 €	498 €	359 €	1 227 €	245 €
Laboratoire EPIC : Coût Complet (Mode Environnemental)	1 683 €		625 €		
Industriel, privé : Coût Complet (Mode Haut Vide)	1 843 €	719 €	519 €	1 411 €	354 €
Industriel, privé : Coût Complet (Mode Environnemental)	2 188 €		903 €		

**Tableau 6** : tarifs des microscopes du CLYM par "sessions" d'une demi-journée en fonction du cadre d'utilisation (tarifs validés par le Conseil d'Administration de l'INSA au premier semestre 2014 ; ces tarifs ont également été publiés par le CNRS au début du second semestre, avec de très légères différences pour les catégories d'utilisateurs extérieurs concernant l'EtTEM).

- L'acquisition de l'EtTEM par l'intermédiaire d'un marché CNRS a conduit la Délégation Régionale à revendiquer que le microscope soit géré financièrement sur un compte CNRS, ce qui nécessite de rédiger une convention ad hoc entre l'INSA de Lyon (l'établissement porteur, et jusqu'ici gestionnaire du CLYM) et le CNRS.

Le dernier point est très important, car il ne doit pas faire courir le risque d'une gestion séparée des instruments (l'EtTEM ou d'autre(s) unité(s)), ce qui serait totalement contraire à l'esprit de la fédération et de la mutualisation. Il pose par là-même la question de la reconnaissance de la FED par le CNRS, qui à ce jour, bien que partenaire, ne labellise la structure CLYM d'aucune manière selon un statut CNRS.

La convention de partenariat entre le CNRS et l'INSA est en cours de finalisation, de même qu'une convention d'utilisation des instruments du CLYM qui va circuler d'ici début 2015 entre les établissements de la COMUE hébergeant les unités membres du CLYM. Ces éléments seront mis en place dans un très proche avenir, sous l'impulsion du successeur du responsable actuel de la Fédération : après 7 ans passés à l'animation et à la coordination du CLYM, l'aboutissement du projet CPER 2007-2013 et le lancement opérationnel de ses équipements (avec l'aide précieuse des Equipes-Microscopes et des partenaires), **il me semble utile de renouveler son Directeur**. Un processus d'élection est prévu d'être mis en place d'ici la fin 2014 afin de choisir, parmi au moins 2 candidatures déclarées à ce jour, le futur responsable du CLYM.

### 3. Gros équipements : projets envisagés

Comme cela a été énoncé à de nombreuses reprises dans ce rapport, la vocation de CLYM est de rassembler les laboratoires désireux de se doter de moyens de 'microscopie avancée' qu'ils ne peuvent ni acquérir, ni gérer (entretenir, utiliser) seuls. Ceci prédestine certainement CLYM à être un acteur de premier plan dans le développement d'une microscopie 'de pointe' qui doit répondre aux besoins de ses membres, donc en grande partie en Sciences des Matériaux.

A la fin de la précédente période d'évaluation (2009-2010), nous avons listé un grand nombre de projets très ambitieux qui pourraient venir compléter le parc d'instruments actuel (notamment : MET dédié à l'ultra-haute résolution, *FIB* couplé à un *SIMS*, sonde atomique). Une partie de ces souhaits avait été rassemblée dans un projet d'EquipeX déposé au second appel d'offres des Investissements d'Avenir en 2011 (*CLYMEXp*). Malgré des évaluations positives, le projet n'a pas été soutenu<sup>6</sup>.

Nous sommes dans l'attente de nouvelles concernant le nouveau programme CPER, pour lequel différents projets pilotés par des partenaires du CLYM ont reçu un soutien de la COMUE Lyon – St-Etienne fin 2013 (ces projets pourraient notamment contenir des propositions de *FIB plasma* et de *MET dédié 'plasmonique'*).

Pour l'heure, le partenaire *ILM* a mené à bien une opération de jouvence et de rénovation de son microscope électronique en transmission 200 kV (*TOPCON*) en faisant l'acquisition d'un nouvel instrument destiné à être partiellement ouvert au CLYM. D'autres projets plus modestes mais requérant néanmoins des financements conséquents sont en cours de préparation, notamment pour compléter les manques en matière de porte-objets spéciaux compatibles avec les modes spécifiques - environnementaux - de l'*EtTEM* (cf. §.1.4 et 1.5.2 : porte-objet de nano-sollicitation mécanique, de tomographie chauffant à grand angle d'inclinaison), ou pour prévoir des opérations de jouvence d'équipements de préparation (*plasma cleaner*, *bombardement ionique*). De même, des réflexions sont en cours pour financer au sein d'IRCELYON une centrale de gestion précise et contrôlée de gaz de haute pureté afin de réaliser de manière propre les mélanges souhaités à introduire dans l'*EtTEM* pour étudier les réactions catalytiques souhaitées.

---

### Date et signature du responsable de la structure

(Document à signer puis à numériser)

10/10/2014

T. EPICIER  
Directeur FED CLYM

---

<sup>6</sup> La conclusion finale du rapport d'expertise (ANR, 27/01/2012) était la suivante :

*Recommendations and advices for improvement: the proposal is a good proposal. At the service and technology point of view, the project is mature. The teams involved should improve their visibility and show how they keep a strong research activity besides services.*