

# Le mode wet-STEM, un outil de caractérisation pour les interfaces tribologiques

S. Descartes<sup>1\*</sup>, A. Bogner<sup>2†</sup>, Th. Douillard<sup>2</sup> et J. Ferreira<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Lyon, CNRS, INSA-Lyon - LaMCoS, UMR 5259 - F 69621 Villeurbanne Cedex

<sup>2</sup> Université de Lyon, CNRS, INSA-Lyon - MATEIS, UMR 5510 - F 69621 Villeurbanne Cedex

\* sylvie.descartes@insa-lyon.fr; Téléphone : +33 (0)472436343

## 1. INTRODUCTION

En microscopie électronique à balayage (MEB) conventionnelle les observations des surfaces et les analyses sont réalisées sous vide. Il est également possible d'introduire un gaz dans la chambre du microscope et ainsi travailler en présence d'un gaz autour de l'échantillon analysé. Dans ce mode dit environnemental (ESEM) il devient possible d'observer tous types d'échantillons, isolants ou non, y compris en présence d'une phase liquide (eau, huile,...). Un nouveau mode d'imagerie développé dans un environnement de vapeur d'eau, le *wet-STEM* [1, 2], permet l'observation en transmission d'objets submicroniques ou nanométriques inclus dans des matrices liquides, avec une résolution de quelques nanomètres, et une épaisseur traversée jusqu'à plusieurs  $\mu\text{m}$ .

Lors du contact entre deux corps en mouvement relatif, une interface se forme *in situ* et se présente sous différents états selon la nature de l'environnement, de la sollicitation et des matériaux impliqués : solide, liquide ou mixte (mélange {fluide + solide}). Cette étude focalise sur les interfaces mixtes [3], les plus complexes à caractériser dans leur état natif. Elles se retrouvent dans des cas tribologiques tels que le polissage de surfaces, le freinage aéronautique, l'interaction roue/rail (figure 1) ou les prothèses articulaires (particules émises par les biomatériaux + liquide physiologique). Ne nécessitant aucune préparation des échantillons, le mode d'imagerie *wet-STEM* apparaît particulièrement adapté à l'observation de ces interfaces en volume et dans leur état « natif », c'est-à-dire telles qu'elles se trouvent dans un contact, et ce à l'échelle microscopique appropriée.

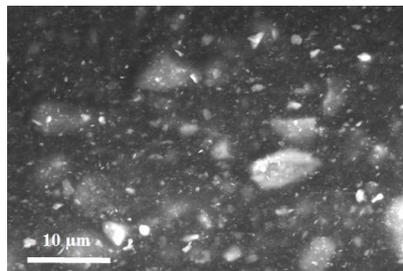


Figure 1. Image BSE (détecteur « Gaseous Detector » GAD) en mode ESEM, d'une mixture {huile + particules solides métalliques et minérales} sur une surface en acier après frottement. Seule la proche surface est imagée : surface de la phase liquide et des particules émergentes ou se trouvant juste sous la surface (plus diffus), avec de possible perte d'informations.

## 2. RESULTATS

### 2.1 Conditions expérimentales

Un montage *wet-STEM* spécifique a été développé pour cette étude dans un MEB ESEM XL 30 FEG de FEI, en conservant le principe de base du montage précédent [1] pour lequel un détecteur annulaire (BSED) est placé sous l'échantillon. Les images sont générées en collectant les électrons diffusés à travers l'échantillon : il s'agit d'une détection de type champ sombre annulaire. Le nouveau montage permet de varier, *in situ*, la distance  $d$  entre l'échantillon et le détecteur BSED, par conséquent les angles de collection des électrons diffusés, et ainsi d'optimiser les contrastes pour chaque échantillon. Il a été complété d'un porte-objet analytique en graphite pour micro-analyses par dispersion d'énergie des rayonnements X (EDS). L'utilisation du GAD permet de réduire l'élargissement du faisceau à la sortie de la pièce polaire. Une goutte de mixture de l'ordre du  $\mu\text{l}$  est déposée sur une grille pour transmission (Cu + membrane carbone à trous). Elle peut être maintenue au-dessus de sa pression de vapeur saturante pendant la durée de l'expérience, en contrôlant sa température grâce à une platine Peltier et la pression partielle d'eau dans la chambre. Les résultats présentés ont été réalisés à la température de  $2^\circ\text{C}$  et des pressions entre 660 et 710 Pa.

### 2.2 Optimisation des contrastes

Un fluide simplifié synovial modèle a été fabriqué pour l'étude du fonctionnement des articulations saines [4]. Des vésicules avec parois phospholipidiques, contenant de l'acide hyaluronique (AH), immergées dans un liquide AH + solution tampon, ont pu être observées sans préparation préalable (figure 2). L'observation de ces

échantillons non-conducteurs, de faible numéro atomique et sensibles à la dégradation ou la déshydratation sous le faisceau électronique, reste très délicate dans ce mode. La variation de la distance  $d$  échantillon-détecteur BSED a permis d'optimiser les contrastes. Un bon résultat a été obtenu avec une distance  $d$  de 12 mm (angles de collection entre 12 et 33 degrés pour le mode champ sombre). Ces objets sont habituellement observés en cryo-TEM ou en TEM après préparation. Le mode *wet-STEM* peut permettre d'éviter le rétrécissement des objets ou leur écrasement.

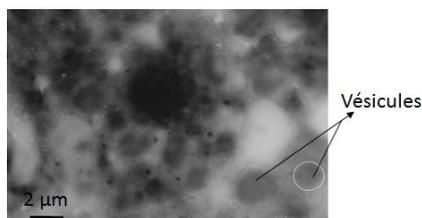


Figure 2. Image *wet-STEM* (à 30kV) – Poches (ou vésicules) remplies de HA, immergées dans un liquide

### 2.3 Analyses EDX couplées au mode *wet-STEM*

Des nanoparticules cœur-écorce (or/silice) dans de l'eau ont été observées (figure 3a) : le cœur en or est visible, avec un diamètre de l'ordre de 15 nm. La résolution ultime est estimée meilleure que 5 nm en mode *wet-STEM* [2]. L'analyse EDX à 30 kV permet de détecter le silicium et l'or, même en faible quantité. Le cuivre détecté provient de la grille TEM, l'oxygène probablement de l'eau. Le deuxième échantillon est une mixture sérum et particules issues d'un essai de frottement alumine sur un alliage cobalt, chrome, molybdène (figure 3b). Les particules sont visibles en transmission. Leur analyse par EDX permet de détecter leur composition (Co, Cr, Mo). La présence d'oxygène peut être due à leur oxydation et/ou à la présence du fluide.

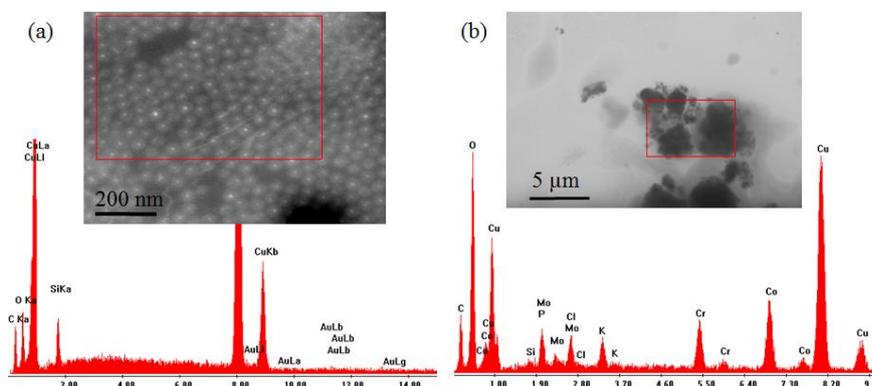


Figure 3. Images *wet-STEM* (à 30kV) en champ sombre annulaire couplées à l'analyse EDX (détecteur Si(Li), EDAX) (a) de nanoparticules cœur-écorce (Au/Si) +eau, (b) particules d'usure métalliques+ sérum.

## 3. CONCLUSION

Le mode d'imagerie *wet-STEM* couplé à l'analyse EDX est prometteur pour caractériser des interfaces de type mixture {fluide+solide} issues de sollicitations tribologiques (produites dans un contact), sans préparation. Toutefois, il est nécessaire d'adapter les conditions d'observations en fonction des échantillons. Pour cela, il a été intéressant de pouvoir faire varier *in situ* la distance entre le porte-objet et le détecteur annulaire.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient le CLYM (Centre Lyonnais de Microscopie, <http://clym.insa-lyon.fr>), pour l'accès au MEB FEG XL30 ESEM (FEI) ainsi que F. Simonet-Beauchesne, A. Malchère, P. Alcouffe et A. Perrat pour leur aide technique. ClyM est soutenu par le CNRS, le Grand Lyon, et le Conseil Régional Rhône-Alpes (France).

## REFERENCES

- [1] Bogner, A. et al. *Ultramicroscopy*, **104**, 290-301 (2005)
- [2] Bogner, A. Thèse INSA-Lyon, 2006ISAL0066, 1-178 (2006)
- [3] Descartes, S. et al. *Wear*, **271**, 54-61 (2011)
- [4] Trunfio-Sfarghiu, A.-M. et al. *Tribology International*, **40**, 1500-1515 (2007)