

PREMIER MINISTRE  
COMMISSARIAT A  
L'ÉNERGIE ATOMIQUE

# Étude des matériaux microporeux durs par la technique des coupes ultraminces

par

Thérèse MAGDALENA

Rapport CEA n° **2022**

CENTRE D'ÉTUDES  
NUCLÉAIRES DE SACLAY

CEA 2022 - MAGDALENA Thérèse.

**Etude des matériaux microporeux durs par la technique des coupes ultraminces (1961).**

**Sommaire.** — Les techniques classiques de répliques pour l'examen de surfaces ou de fractures au microscope électronique sont difficilement applicables aux réfractaires et aux microporeux. Les coupes ultraminces au couteau de diamant d'échantillons enrobés dans le méthyl-méthacrylate ont l'avantage de permettre l'examen direct par transmission des corps étudiés.

---

CEA 2022 - MAGDALENA Thérèse.

**The study of hard microporous material using the ultrafine section technique (1961).**

**Summary.** — The conventional replica techniques for the examination of surfaces or fractures with the electron microscope are unsuitable for refractories or microporous bodies. The method of cutting ultrafine sections with a diamond cutter, the sample being impregnated with methyl methacrylate, has the advantage of making possible the direct examination by transmission of the sample.

## ETUDE DES MATERIAUX MICROPOREUX DURS PAR LA TECHNIQUE DES COUPES ULTRAMINCES

THERESE MAGDALENA

*C.E.N. Saclay, Gif-sur-Yvette (S. et O.), France*

L'étude au microscope électronique de la surface des corps microporeux est difficilement réalisable à l'aide de répliques. En effet, les structures fantômes que celles-ci risquent fréquemment de faire apparaître, compromettent l'interprétation et estompent les détails fins recherchés. Le problème que nous avons à résoudre était encore compliqué du fait de la nature réfractaire de certains des corps étudiés (alumine), d'où l'impossibilité de faire des répliques directes par dissolution du corps.

Nous avons donc procédé à l'étude des corps poreux, poudres et frittés, durs (alumine et nickel), à l'aide de l'ultramicrotomie. Cette méthode présente l'avantage de permettre l'examen du corps lui-même, par transmission, non seulement en surface, mais à l'intérieur et d'y localiser différents constituants par microdiffraction.

Nous avons transposé à notre problème les méthodes d'enrobage utilisées en biologie, mais en remplaçant le mélange méthacrylate de méthyle-méthacrylate de butyle par du méthacrylate de méthyle monomère pur, additionné de peroxyde de benzoyle et soumis à une polymérisation de plusieurs jours à une température inférieure à 40°C. En effet, la faible viscosité du méthacrylate monomère lui permet de pénétrer à l'intérieur de pores dont les dimensions sont de l'ordre de quelques centaines d'ångström. Cette pénétration est nécessaire pour assurer la cohésion de l'échantillon au moment de la coupe. Le méthacrylate de méthyle polymérisé est, d'autre part, le composé le plus dur que nous ayons trouvé, assurant cette cohésion.

Les couteaux de verre ne sont évidemment pas utilisables pour couper des corps aussi durs que le nickel ou l'alumine. Nous avons utilisé les couteaux de diamant type Fernández Morán, adaptés aux ultra-microtomes Porter-Blum et Leitz.

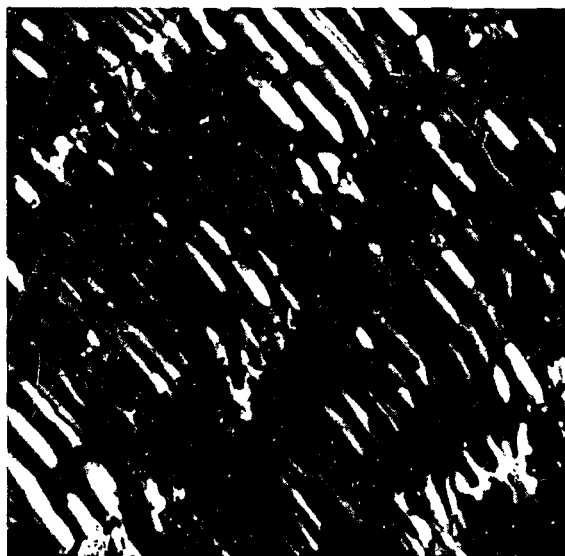


Fig. 1 Alumine d'oxydation anodique.  
Ultramicrocoupe perpendiculaire au front  
d'oxydation. 30 000 ×



Fig. 2 Alumine d'oxydation anodique.  
Ultramicrocoupe parallèle au front  
d'oxydation. 60 000 ×

SPECIMEN TECHNIQUES, NON-BIOLOGICAL

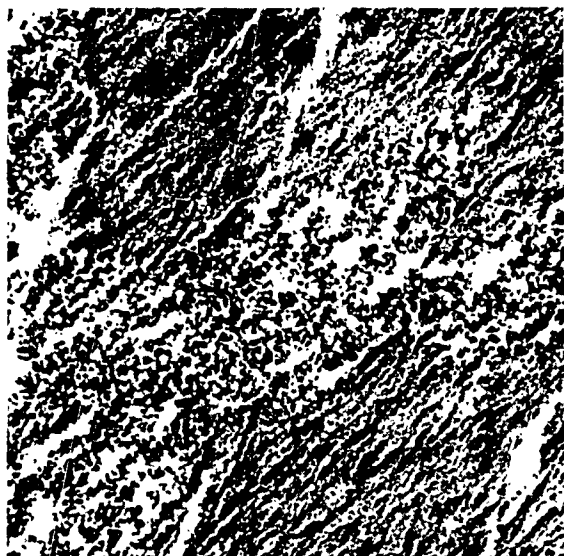


Fig. 3 Alumine frittée. Mélange d'alumines  $\alpha$  et  $\gamma$ . 3 750  $\times$

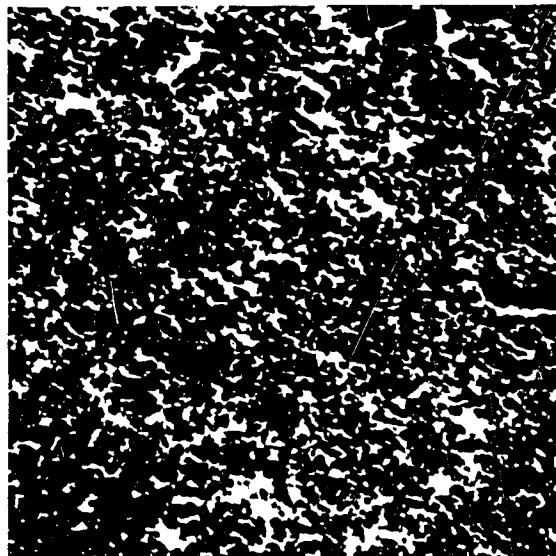


Fig. 4 Nickel fritté. 15 000  $\times$



Fig. 5 Poudre de nickel obtenue par décomposition du formiate. 1 500  $\times$

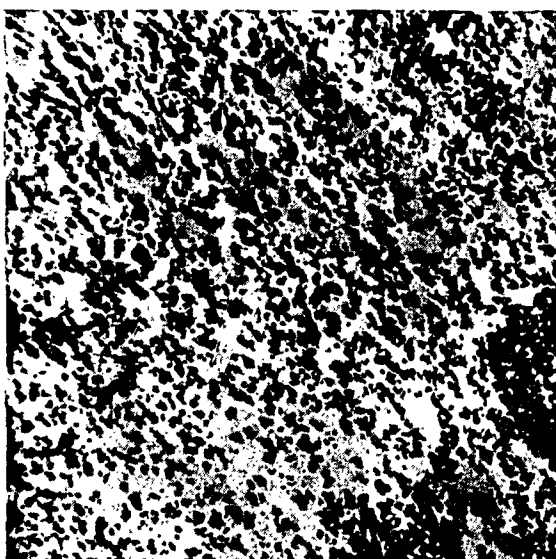


Fig. 6 Poudre de nickel obtenue par décomposition du nickel carbonyle. 1 500  $\times$

Les quelques micrographies reproduites ici donnent une idée des différents résultats obtenus par cette méthode:

confirmation d'une théorie de l'oxydation anodique de l'aluminium (Keller et al. 1953),

étude de la répartition des deux constituants dans une alumine frittée obtenue à partir d'un mélange de poudres d'alumines  $\alpha$  et  $\gamma$ ,

nickel fritté et état de dispersion de poudres de nickel obtenues par décomposition du formiate ou du nickel carbonyle.

Tous les corps étudiés semblent n'avoir subi aucune déformation lors des coupes. Nous envisageons d'étudier l'influence des coupes sur des corps plus plastiques.

Nous mentionons, dans le même ordre d'idée, une autre étude de coupes ultraminces de métaux, sur la dézincification du laiton  $\beta$ : (Kleinberger et al. 1960), qui a permis d'expliquer le mécanisme de l'attaque.

Cette méthode d'investigation paraît devoir être très fructueuse en métallurgie et en particulier en métallurgie des poudres ainsi que pour l'étude des poudres avant transformation et en cours de transformation (frittage, grossissement de grains, catalyse . . .)

#### *Bibliographie*

- Keller, F., Hunter, M. S. and Robinson, D. L., J. electroch. Soc. **100**, 411, 1953.  
Kleinberger, R., Okuzumi, H. et Perio, P., Mét. Cor. Ind. Fr. **35**, 40, 1960.

**FIN**