



GRUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES

En convention de coopération avec la Société Française de Physique



TD au choix STAGE 1 – Résumés

**en vert : TD de 3 heures*

1- Analyse d'image :

Dans ce TD de 2 x 1h30 nous aborderons à la fois les aspects traitements d'images et mesure, tout en faisant participer les stagiaires.

Les élèves travailleront par groupe de 2 à 3 sur un PC équipé du logiciel Aphelion de traitement et analyse d'images.

2- AFM :

Présentation du fonctionnement général de l'appareil et des différents modes d'acquisition.

Préparation des échantillons et environnement.

Mode topographie : Résolution, artefacts courants en topographie de surface.

Imagerie de différents échantillons ('bulk' et films minces).

Repérage de zones (indents 10-50nm) sur diélectriques.

Mode force magnétique : principe et imagerie de domaines magnétiques (20-100nm).

Complémentarité des modes AFM par rapport au MEB.

3- Biologie :

TD de 3 heures. Préparations et observations des échantillons biologiques en MEB conventionnelle:

Présentation comparative des différentes méthodes de préparation pour les échantillons hydratés:

comparaison entre un échantillon desséché à l'air et par la méthode du point critique, déshydratation chimique à température ambiante.

Nouveaux développements pour observer des échantillons en milieu hydraté.

Métallisation par sputtering.

Observations au MEB Jeol 6100: imagerie avec électrons secondaires et rétro-diffusés.

4- Cartographie EDS :

Les cartographies EDS sont des images en couleur ou niveaux de gris, permettant de mettre en évidence la répartition des différents éléments composant l'échantillon.

A l'aide d'exemples, ce TD décrira :

- les différents types de cartographies qu'il est possible de réaliser (qualitative, semi-quantitative),

- les images spectrales,

- le choix des paramètres d'acquisition et les difficultés que l'on peut rencontrer

(exemples: cas des cartographies sur large champ, précision des valeurs semi-quantitatives, superposition de pics...).

5- Cathodoluminescence (CL) :

Nous présenterons tout d'abord ce phénomène de luminescence d'un échantillon soumis à un bombardement électronique. Nous décrirons ensuite complètement et en détails les différents accessoires mis en œuvre pour la collection et l'analyse de la lumière. Enfin, nous étudierons la cathodoluminescence d'un échantillon semi-conducteur en termes d'émission spectrale (spectre de CL) et spatiale (image de CL).

6- EBSD :

Au cours du TD nous présenterons l'ensemble du système tant à l'extérieur qu'à l'intérieur de la chambre ainsi que les différents détecteurs associés possibles.

Puis nous définirons les éléments nécessaires à l'indexation des phases et à l'acquisition des données.

Enfin, nous réaliserons avec ces données quelques analyses à l'aide de différentes représentations (cartes, graphes, figures de pôles).

7- Echantillons fragiles ou isolants :

Les polymères constituent un exemple remarquable de matériaux fragiles et isolants.

L'observation et la microanalyse des polymères dans un MEB présentent donc de nombreux aspects spécifiques :

effets de charge, détérioration sous le faisceau, images peu contrastées, etc.

Quelques échantillons représentatifs seront observés et commentés lors de cette séance,

afin d'attirer l'attention des stagiaires sur les particularités de ces matériaux, les possibilités et les limitations de l'observation et de la microanalyse dans un MEB.

On montrera également les avantages apportés par les microscopes à pression variable ou à chambre environnementale.

8- EDS sur MEB ESEM ou à pression contrôlée :

L'objectif du TP est la mise en évidence expérimentale de l'élargissement du faisceau dans les conditions de haute pression et de discuter les différentes solutions pour limiter cet élargissement.

Manipulation : Estimation de l'élargissement en fonction des paramètres opératoires pression, tension d'accélération, distance de travail sur le cas simple du déplacement du faisceau par rapport à une cible de cuivre. Discussion des résultats.

Comparaison avec logiciel de simulation Monte Carlo pour l'analyse et la discussion des résultats. Discussion sur les modèles de correction de la littérature.

9- ESEM :

Présentation de la mise en œuvre du micro-injecteur, du micro-manipulateur et de la platine Peltier.

Application à la visualisation de l'effet du dépôt d'acide sur la surface d'une fibre de bois.

La partie séchage de l'échantillon après traitement sera également observée et la création d'un film réalisée.

10- Essais mécaniques in situ :

Ce TD nous permettra de montrer l'intérêt des essais in situ, mécaniques, thermiques ou thermomécaniques, dans le domaine de la mécanique des matériaux.

Nous présenterons d'abord les caractéristiques d'un dispositif, ses spécificités et ses limitations, son implantation dans la chambre du MEB et les différents détecteurs associés possibles.

Puis nous définirons les grandeurs mécaniques et cristallographiques mesurables à l'échelle mésoscopique grâce aux techniques associées que sont la microextensométrie et l'EBSD.

Enfin, nous réaliserons un essai de traction in situ qui nous permettra d'observer, à différents stades de la déformation macroscopique, l'évolution de la déformation plastique à l'échelle mésoscopique.

11- FIB :

Fabrication avec une machine à faisceau d'ions (FIB) d'un nano-objet pour son observation au MEB. Pour observer un nano-objet, toujours placé à l'intérieur d'un solide, l'utilisation des ions d'un FIB est nécessaire pour enlever la matière qui l'entoure. Le nano-objet étant ainsi très proche de la surface, l'observation des détails avec le MEB en est rendue possible. Un FIB dual-beam qui permet de faire presque simultanément la préparation et l'observation du nano-objet sera utilisé pendant le TP.

12- Lithographie :

Ce TD de 3 heures, effectué en Salle Blanche sur un MEB FEG Leo1530 équipé d'un FIB Orsay-Physic et d'un système d'écriture RAITH Elphy plus permettra de faire un tour d'horizon des possibilités de lithographies électronique et ionique.

On discutera en particulier des accessoires et spécificités indispensables pour cette activité et des performances obtenues en termes de résolution, d'alignement ou de vitesse d'écriture.

13- MEB-STEM :

Après explication du principe, les contrastes en fond clair, en fond sombre et résolutions obtenues à l'aide d'un détecteur d'électrons transmis seront montrés au cours de ce TD.

Les variations de contraste en fonction de la tension d'accélération seront observées et expliquées à l'aide de résultats de simulations de Monte-Carlo.

Les possibilités de nanoanalyse sur réplique extractive, ainsi que les possibilités et limitations de la technique seront discutés.

14- MET Introduction :

Le but du TP est de donner un aperçu des possibilités d'un microscope électronique en transmission.

Principe de fonctionnement, mode image, mode diffraction, imagerie champ clair et champ sombre.

Pour illustrer :

mise en évidence de l'ordre chimique par diffraction électronique et des microstructures (précipités et dislocations) dans un alliage métallique.

Sur échantillon de type microélectronique préparé par FIB, possibilités et limites en analyse sur l'exemple de l'EDX en MET.

15- Métallisation :

Présentation des différentes techniques de métallisation d'échantillons utilisées en M.E.B.: dépôts de carbone par tresses ou crayons, évaporation sous vide par effet Joule ou par canon à électrons, pulvérisation cathodique ou sputtering, pulvérisation par faisceaux d'ions. Discussion sur le choix des matériaux déposables, sur l'épaisseur à déposer et sur la mesure d'épaisseur. Réalisation de dépôts par différentes techniques.

16- Microfluorescence X pour MEB :

Description physique d'un système de microfluorescence X pour MEB et de son optique : tube à rayons X, polycapillaire, alignement. Choix de la zone d'analyse, passage de l'analyse EDS à la μ fluX. Comparaison des spectres EDS et μ fluX de la même zone pour illustrer la détection et l'analyse de traces sur un ou deux échantillons puis traitement quantitatif des spectres.

17- Monte-Carlo simulation :

On utilisera deux approches différentes pour simuler les trajectoires électroniques dans la matière et les émissions résultant des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible. Une approche simplifiée appliquée à des cibles massives homogènes permettra d'appréhender très rapidement un certain nombre de grandeurs régissant la microscopie à balayage analytique: parcours et pénétration des électrons, volume d'interaction, propriétés angulaires et énergétiques des électrons rétrodiffusés, distribution en profondeur du rayonnement X engendré, absorption de ce rayonnement, influence des paramètres opératoires sur ces grandeurs. Une approche plus évoluée, basé sur un traitement statistique des interactions individuelles, sera mise en œuvre pour simuler les émissions provenant d'échantillons massifs hétérogènes (stratifiés, multiphasés,...), ainsi que d'échantillons minces.

18- Stéréo 3D - reconstruction de surface :

Après une présentation du principe général de la reconstruction 3D de surface à partir d'images stéréoscopiques de MEB, les divers aspects pratiques de la mise en œuvre de cette méthode seront abordés. Il sera en particulier exposé les considérations relatives au choix des paramètres et réglages expérimentaux du MEB. Divers exemples de reconstruction 3D illustreront d'une part l'influence de ces derniers et permettront par ailleurs d'appréhender les paramètres de traitement de l'algorithme de reconstruction.

19- Stratifiés (couches minces et multi-couches) :

Nous proposons d'aborder l'analyse X quantitative d'échantillons de composition variable en profondeur tels que les couches minces et les multi-couches sur substrat. La mesure du rayonnement X émis par les différentes couches et le substrat (rapporté au signal X de témoins), associée à l'utilisation d'un modèle décrivant la distribution en profondeur $f(r,z)$ de l'émission X générée dans l'échantillon, permet de déterminer simultanément la composition et l'épaisseur massique de chaque couche. Après avoir présenté le principe de la méthode, différents exemples d'analyse seront traités.

20- WDS :

Les spécificités techniques de la microsonde électronique de Castaing seront présentées dans un premier temps (colonne électronique, régulateur de courant, microscope optique, détecteurs d'électrons, spectromètres WDS, système anti-contamination, ...). La méthodologie de travail en WDS sera présentée à travers l'analyse d'un échantillon d'AlTi. Les stagiaires définiront les conditions d'analyse (haute tension, courant, sonde en mode balayage ou ponctuel, raie d'analyse), les témoins le plus appropriés, la configuration des spectromètres WDS (cristal, pression du compteur, PHA, ...). Les résultats obtenus lors de l'analyse seront alors commentés par les stagiaires.