



Journées pédagogiques 30 nov – 1^{er} déc 2015 – Jussieu, Paris

Le MEB, un micro-laboratoire

Lundi 30 novembre 2015

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h30 **Le MEB a 50 ans - Revue d'actualités - Echantillon test.** (Jacky RUSTE - GN-MEBA)

10h30 - 14h00 **Exposition Constructeurs** avec pause-café et repas (buffet froid) offerts aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs - Stand EDP Sciences

14h00 - 14h15 Assemblée Générale

14h30 - 15h00 **L'ESEM un outil pour tout faire: de la caractérisation mécanique des fibres celluloseuses à ... l'électronique imprimée** (Raphael PASSAS^{1,2,3}, B. MANSHIP^{1,2,3}, M. TOUNGARA^{1,2,3}, V. THENOT^{1,2,3,4,5}, N. REVERDY-BRUAS^{1,2,3}, M. AICHI^{1,2,3}, D. CURTIL^{1,2,3}, P. DUMONT^{1,2,3}

1- Univ. Grenoble Alpes, LGP2, 38000 Grenoble

2- CNRS, LGP2, 38000 Grenoble, France

3- Agefpi, LGP2, 38000 Grenoble

4- Arjowiggins Creative Papers, 38500 Voiron

5- Centre de Microélectronique de Provence, 13120 Gardanne

La microscopie électronique à balayage en mode environnemental est une technique toute à fait appropriée pour l'étude des matériaux hygroscopiques tels que les fibres ligno-cellulosiques. Ces matériaux fibreux, tels que les papiers, sont fascinants. Certes, ils sont fabriqués depuis de nombreux siècles mais ils sont également très high-tech. La variabilité des ressources fibreuses associée aux différents traitements permettant leur fonctionnalisation, laisse entrevoir de nouvelles perspectives dans des domaines aussi diversifiés que l'emballage, le bâtiment, le médical ou encore l'électronique imprimée.

Pour ce faire, il est nécessaire de pouvoir caractériser mécaniquement les fibres à des échelles microscopiques. Au cours de cette intervention, seront abordés le développement d'un système de micro-robotique, des exemples concrets d'applications et enfin un travail préliminaire sur la thématique de l'électronique imprimée.

15h00 - 15h30 **Cosmétique *in situ* dans le MEB.** (Philippe HALLEGOT, L'Oréal Recherche Aulnay-sous-Bois)

Un produit cosmétique est destiné à être mis en contact avec diverses parties superficielles du corps humain, en vue, exclusivement ou principalement, de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect, de les protéger, de les maintenir en bon état.

Quel que soit l'effet du produit cosmétique que l'on perçoit à l'échelle macroscopique, celui-ci trouve son origine au niveau microscopique. Le MEB, parfois équipé d'une platine de traction, s'est vite affirmé comme un outil de prédilection dans l'étude des interactions actif cosmétique/substrat.

Cependant, l'eau jouant un rôle majeur dans l'intégrité des produits cosmétiques et des substrats, l'utilisation d'un microscope environnemental s'est rapidement révélée indispensable. Ce dernier a été associé à une platine de traction, spécialement adaptée à l'étude des cheveux, mais applicable à l'étude des couches superficielles de l'épiderme. Dans la chambre du microscope, des micro-injecteurs permettent d'autre part d'hydrater localement les échantillons observés et d'observer les variations morphologiques ou mécaniques induites.

Ces études tendent donc à recréer sous le faisceau électronique les conditions de la vie courante, en termes de stress et d'humidité, auxquelles sont exposés les produits et les substrats.

15h30 - 16h00 **Cryo / SEM, au plus proche de l'état natif** (Perrine BOMME¹, A.MALLET¹, C. INIZAN², A.SARTORI¹, MI. THOULOZE², J. KRIJNSE-LOCKER¹)

1- Institut Pasteur Paris, Ultrapole

2- Institut Pasteur Paris, Unité de Virologie structurale

L'étude par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) d'échantillon d'origine biologique, composé à 98% d'eau, nécessite plusieurs étapes de préparation induisant de nombreux artefacts. Le cryo-MEB est la seule méthode permettant de limiter les modifications morphologiques se produisant lors des cycles de déshydratation et de dessiccation.

Ces dernières années, la combinaison des différentes méthodes d'imagerie et notamment entre la microscopie optique à fluorescence (FLM) et la microscopie électronique (EM) est en pleine essor. Ces méthodologies appelées CLEM « Correlative Light and Electron Microscopy » sont de réels challenges technologiques permettant l'étude d'un événement rare et/ou dynamique par FLM à l'échelle nanométrique par EM.

Basé sur nos applications principalement tournées vers l'étude des interactions hôte-pathogène, nous avons développé une nouvelle méthode CLEM combinant la microscopie optique à fluorescence et le cryo-MEB. Cette méthodologie est la seule nous permettant d'étudier la morphologie et l'architecture de structure très hydratée telle que les biofilms viraux.

16h00 – 16h30 Pause

16h30 - 17h00 **Observations de différents échantillons en microscopie corrélative intégrée: fluorescence et MEB (iLSEM).** (Isabelle PIGNOT-PAINTRAND^{1,2*}, K. MONIER³, L. VOORTMAN⁴, B. BURDIN⁵ et J-P CHAUVIN⁶)

1-Univ. Grenoble Alpes, LMGP, F-38000 Grenoble

2- CNRS, LMGP, F-38000Grenoble, France

3- Laboratoire Joliot Curie, CNRS UMS 3010, ENS, 69000 Lyon

4- Société Delmic, 2629 JA Delft, Netherlands

5- CT μ , UCB, F-69000 Lyon, France 6 Institut de Biologie du Développement de Marseille, UMR 7288 13288 Marseille cx 9

* isabelle.paintrand@grenoble-inp.fr; Téléphone : +33 456529332)

La procédure généralement utilisée pour pratiquer la CLEM (Correlative Light Electron Microscopy) se passe en 2 temps :

1) imagerie des échantillons en fluorescence,

2) imagerie des échantillons en microscopie électronique (MEB ou TEM), comprenant différentes étapes intermédiaires en fonction du résultat escompté.

Une nouvelle stratégie permettant de réaliser de la microscopie corrélative intégrée, iCLEM, a été récemment développée. Elle permet de réaliser la microscopie photonique à fluorescence et la microscopie électronique à balayage de l'échantillon dans le même microscope. L'avantage de la stratégie iCLEM est de pouvoir passer directement d'une modalité d'imagerie à une autre sur l'échantillon. Grâce à un système d'auto-alignement des 2 modalités d'imagerie, les 2 images sont directement superposables et le résultat est visualisé avec une précision de 50 nm. Cette stratégie intégrée est avantageuse en termes de gain de temps et du nombre accru de cellules analysables par rapport à la stratégie en deux temps.

Nous rapportons les observations de plusieurs types d'échantillons, réalisées en microscopie intégrée à l'aide de la plateforme SECOM insérée dans un MEB-FEG Quanta 250 FEI, lors d'un atelier de démonstration.

17h00 - 17h30 La résolution en mode environnemental: exemple des BSE (Lahcen KHOUCHAF¹, A. KADOUN², C. MATHIEU³

1-Univ---Lille Nord de France, Ecole des Mines de Douai, 941, rue Charles Bourseul, BP.10838, 59508 Douai

2-Laboratoire de Microscopie, Microanalyse de la matière et Spectroscopie Moléculaire, Faculté des Sciences Exactes, Université Djilali Liabès, 22000 Sidi Bel Abbés, Algeria

3-Univ. Lille Nord de France Université d'Artois, Faculté Jean Perrin, SP 18, 62307 Lens cx

L'étude avancée des propriétés d'un matériau nécessite la connaissance de sa micro et/ou nanostructure. L'obtention de la microstructure pourra se faire en partie grâce à l'analyse des électrons rétrodiffusés. Ces derniers voient leur comportement modifié lorsque le faisceau des électrons incidents est diffusé par l'environnement gazeux dans la chambre d'un microscope électronique environnemental.

L'objectif de cet exposé est de montrer certains aspects du comportement des électrons rétrodiffusés en absence et présence d'un environnement gazeux ainsi que les conséquences sur la modification des contrastes conduisant ainsi à des interprétations erronées. Le besoin de développer des approches de modélisations est donc nécessaire pour prévenir certains artefacts.

17h30 - 18h00 Imagerie en électrons rétrodiffusés (Raynald GAUVIN, Univ. Mc Gill Montréal)

Cette présentation a pour but de montrer des images utilisant les détecteur BSE de différentes manières:

- classiques chimiques à faible et à fort grossissement;

- classiques cristallographiques y compris certaines images à très basse tension ;

- imagerie des dislocations

Cette présentation précisera les conditions d'analyses, de préparation des échantillons, de temps d'acquisition pour différents matériaux. Il sera discuté de ce qui marche et ne marche pas, les limites. Différents détecteurs BSE seront présentés, les diodes à plusieurs quadrants à grand angle solide ainsi que les détecteurs in--Lens avec et sans filtration de l'énergie des BSE.

Mardi 1^{er} décembre 2015

09h00 - 09h30 **Couplage Microscopies optique et électronique pour essais micromécaniques *in situ*.**
(Denis BOIVIN, ONERA Chatillon)

.

09h30 - 10h00 **Nanoindentation *in situ* au MEB.** (Solène COMBY, SIMAP Grenoble)

.

10h00 – 10h30 **Illustration des couplages MEB / spectroscopie Raman et MEB / microanalyse X (EDS et WDS) par quelques applications dans les domaines des matériaux de l'industrie appelés à fonctionner à haute température, des milieux naturels carbonatés et des produits de l'agro-alimentaire** (Yannick ANGUIY¹, Cécile GABORIEAU¹, Alain SOMMIER¹, Abdelhak SACI¹, Jean-Luc BATTAGLIA¹, Aurélie PACE² et Raphaël BOURILLOT²)
1- Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux, I2M, UMR CNRS 5295, site ENSAM, Département TREFLE, Esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence cedex, FR.
2- ENSEGID, Bordeaux INP, 1, allée Daguin, 33607 Pessac cedex, FR ENSAM Bordeaux)

.

10h30 - 11h00 *Pause*

11h00 – 11h30 **Le dual beam SEM-FIB et sa baguette magique** (Jean-François MOTTE, Institut Néel, CNRS Grenoble)

Dans le monde moderne de la microélectronique le FIB (Faisceau d'Ions Focalisés) a trouvé toute sa place pour la détection et la caractérisation de défauts dans les circuits intégrés ou la modification des masques de photo-lithographie. La réalisation de coupes (cross-section) localisée sur un circuit permet ainsi une visualisation « en profondeur » des circuits et une analyse de leurs défaillances. Au-delà de ces applications industrielles, ces équipements ont envahi les laboratoires de recherches pour des applications plus « exotiques » couvrant un grand nombre de disciplines de la microélectronique aux sciences des matériaux ou de la biologie. Les nouvelles générations de dual beam ont été enrichies d'un grand nombre d'outils. Citons par exemple :

Un petit capillaire est introduit dans la chambre du SEM/FIB qui permet d'injecter un gaz de précurseurs d'organométalliques (W, Pt, ...) ou isolant (C, SiO₂, ...) à la surface d'un échantillon. Il est alors possible de réaliser un dépôt localisé assisté par faisceaux électronique ou ionique. Il est alors possible de réparer un contact électrique, créer une couche d'oxyde ou une couche protectrice sur une future zone à graver.

Le MEB, un micro-laboratoire

Le deuxième outil est une pointe métallique (W en général) motorisée in situ. Avec cette pointe il sera alors possible de manipuler un objet unique. Cet objet peut avoir une origine très variée, une découpe FIB d'un circuit pour ensuite amincir et réaliser ensuite une caractérisation TEM, des objets dispersés sur une surface à déplacer d'un substrat à un autre...

Dans cet exposé, nous aborderons uniquement le domaine d'application de la micro et nano manipulation d'objets uniques. Ces derniers pourront être soit des sphères de taille micrométrique ou des nanofils. Nous verrons les problèmes pratiques rencontrés et les défis à relever pour faire ce genre de « prestidigitation nanométrique ».

11h30 - 12h00 Les applications du FIB / SEM en biologie (Adeline MALLET¹, P.BOMME¹, C. FORT², A. WEINER³, P. BASTIN², J. EMINGA³, J. KRIJNSE LOCKER¹)

1- Institut Pasteur Paris, Ultrapole

2- Institut Pasteur Paris, Unité de Biologie cellulaire des Trypanosomes

3- Institut Pasteur Paris, Unité de Dynamique des Interactions Hôte-Pathogènes (DIHP)

En biologie, le système FIB-SEM (focused ion beam – scanning electron microscopy) permet d'analyser des structures intracellulaires en trois dimensions des échantillons à l'échelle nanométrique. Pour cette analyse, les échantillons biologiques doivent être traités afin d'être suffisamment durs pour être abrasés sans déformation sous le faisceau ionique et contrastés pour pouvoir être imagés via un détecteur d'électrons rétrodiffusés.

A l'Institut Pasteur, l'Ultrapole s'est investi sur la mise au point d'une approche de microscopie corrélative combinant microscopie en fluorescence et FIB-SEM.

Cette méthode permet de localiser des événements d'intérêt transitoire et/ou rare par microscopie photonique avant une analyse ultrastructurale par microscopie électronique en FIB-SEM.

12h00 - 12h30 Couplage de techniques électroniques (Maxime BERTHE, IEMN ISEN Lille)

Les récents projets de développement instrumental de l'IEMN, notamment à travers l'EQUIPEX EXCELSIOR, concernent la mesure de phénomènes rapides (jusqu'au Téra-Hertz) à la plus petite échelle (jusqu'à l'atome).

Pour localiser des structures aussi miniatures, la microscopie électronique à balayage est utilisée en combinaison avec les techniques de microscopie à sonde locale (AFM, STM) qui permettent d'avoir la précision atomique. Ces techniques reposant sur l'emploi de sondes locales ouvrent par la même occasion la voie aux mesures électriques, physiques, magnétiques, etc.

Cependant, la mesure de la dynamique des phénomènes électroniques dans une telle enceinte reste un défi à relever; les développements actuels sur cette thématique à l'IEMN seront exposés à travers trois exemples : l'instrument appelé Nanoprobe, regroupant un MEB et quatre STM qui permet de localiser, imager, manipuler et tester les structures les plus petites; l'AFM-MEB, permettant d'intervenir sur des structures diverses, même celles comportant des parties isolantes; le nanoprobe HF, visant la mesure de composants haute fréquence de plus en plus petits.

Les derniers développements et expériences couvrant ce domaine seront exposés ainsi que les aménagements effectués récemment en termes d'infrastructure.

12h30 - 14h15 Déjeuner libre

14h15 – 14h45 Prises de contact et caractérisations électriques de nano-composants dans un MEB
(Fabien BAYLE, IEF Orsay)

Avec la miniaturisation des composants opto-électroniques et l'avènement des dispositifs nanostructurés (à base de nanofils, ...), il est apparu ces dix dernières années le besoin de développer de nouveaux outils de caractérisation électrique à l'échelle nanométrique.

Un nanofil, au départ il faut déjà le voir, ce qui est possible grâce au microscope électronique (MEB). Il sera au final relié à un appareil de mesure électrique, par des fils « macroscopiques », à l'extérieur du MEB. Entre les 2 se trouve un micro-laboratoire construit en associant des pointes fines à des nanomanipulateurs dans un FEG Ultra-Haute Résolution, et une interface à taille humaine, que l'on pilote du bout des doigts.

A partir d'exemples de structures étudiées au laboratoire, comme les micro-cristaux d'AsGa et les nanofils InGaN, nous illustrerons le déroulement des manipulations qui permettent de réaliser à partir de cet appareillage des caractérisations électriques $I(V)$ dans le MEB et des images EBIC (Electron Beam Induced Current), dans différentes configurations (transverse/longitudinale), ainsi que les difficultés typiques rencontrées (notamment au niveau de la prise des contacts électriques... et de façon plus globale, la problématique du choix des électrodes à cette échelle).

*Nous présenterons les informations obtenues en comparant les images EBIC et d'électrons secondaires (SE), ainsi que les performances atteintes en termes de résolution. Nous terminerons par une vidéo d'une expérience réalisée au laboratoire, montrant qu'on peut cliver *in-situ* un seul nanofil dont on veut étudier les propriétés électriques, directement dans le MEB.*

14h45 - 15h15 Micro-usinage, préparation et cisaillement *in-situ* d'un monocristal sous MEB-FIB (Thomas TANCOGNE DEJEAN^{1,2}, Eva HERIPRE^{2,3}, Dirk MOHR^{1,2,4})

- 1- Impact and Crashworthiness Laboratory, MIT, Cambridge, USA
- 2- MSSMat, Ecole Centrale de Paris, Chatenay-Malabry, France
- 3- LMS, Ecole Polytechnique, Palaiseau, France
- 4- MAVT, ETH Zurich, Suisse

Le but de cette étude est de caractériser le comportement à la rupture d'un monocristal à l'échelle micrométrique sur une feuille métallique mince (25 μ m d'épaisseur). Le comportement d'un monocristal en cisaillement est étudié à l'aide d'une éprouvette nommée « Smiley shear specimen » [1]. Cette éprouvette permet de générer un état de contrainte local de cisaillement dans le plan de l'échantillon par l'application d'une traction uni-axiale globale. Pour obtenir une rupture en cisaillement pur (au centre de la zone utile), la géométrie de l'échantillon doit être optimisée et la découpe doit respecter cette géométrie tout en introduisant le minimum de contraintes résiduelles possibles. La découpe au faisceau ionique est ainsi considérée du fait de la taille de la zone utile ($\approx 80 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$).

Pour réaliser cet échantillon, une feuille d'acier bas carbone (25 microns d'épaisseur) présentant un seul cristal dans l'épaisseur est utilisée. Cette feuille est prédécoupée au laser à la forme de l'éprouvette ($\approx 10\text{mm} \times 0.8\text{mm}$). Chaque éprouvette est ensuite caractérisée par EBSD pour trouver celles présentant un seul cristal dans la zone utile. L'échantillon choisi est ensuite introduit dans un MEB-FIB directement sur la machine de traction. Dans un premier temps, la zone utile est re-usinée au faisceau ionique pour retirer la zone thermiquement affectée par la découpe laser et obtenir la précision de découpe nécessaire. Ensuite, une micro-grille de platine est déposée sur la zone utile à l'aide du faisceau ionique pour permettre une mesure des

déformations locales par corrélation d'images numériques. Finalement, l'essai mécanique est effectué et des images numériques sont prises à différentes étapes du chargement.

Cet exposé présentera les différentes techniques mises en oeuvre pour préparer cette expérience, en mettant en avant la possibilité de laisser l'échantillon à l'intérieur du MEB-FIB pendant toute la durée de l'usinage final et de l'essai mécanique. Les difficultés de mise en oeuvre d'un tel essai seront également mises en avant.

Références : [1] Roth, C.C., Mohr, D., 2015. Ductile fracture experiments with locally proportional loading histories. Int. J. Plast.; doi:10.1016/j.ijplas.2015.08.004

15h15 – 15h45 Essais in situ instrumentés (Ovidiu BRINZA, LSPM CNRS Villetaneuse)

Fin des Journées pédagogiques