



Principe, apport et mise en œuvre de l'imagerie au MEB

Jeudi 1^{er} décembre 2022

09h00 - 09h30 *Accueil des participants*

09h30 - 10h30 **Interactions électrons-matière. Les différents détecteurs d'électrons, principes** - Ahmed ADDAD, Alexandre FADEL, Université de Lille

La microscopie électronique à balayage est une technique d'observation permettant de caractériser la surface d'un échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons.

Outre le bon alignement du microscope, la qualité et les informations accessibles des images vont dépendre des signaux (SE, BSE ...), produits par les interactions électrons-matière, accessibles à l'aide des différents détecteurs.

L'objectif de ces présentations est dans un premier temps de faire un rappel des signaux produits lors de ces interactions (origine et résolution latérale accessible). La deuxième partie sera quant à elle consacrée à l'apport des différents détecteurs dans la chambre et la colonne, principalement pour l'imagerie en SE et BSE. L'observation en mode STEM sera brièvement abordée.

10h30 – 14h00 **Stands Constructeurs** (salle 102, 1er étage tour 44) avec pause-café et repas (buffet froid) offert aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs. Pause café et Buffet de midi offerts par l'ensemble des constructeurs et le GN-MEBA. Présentation de l'ouvrage *Macrocosmos* par Stephan Borensztajn sur les insectes vus au MEB et colorés artistiquement, accompagnées par un texte de Claire Villemant.

14h00 – 14h30 *Assemblée Générale du GN-MEBA*

14h30 – 15h00 **L'acquisition numérique de l'image MEB (divers aspects)** - Nicolas HOREZAN, Quentin BARRES, ONERA, Châtillon

Les microscopes électroniques à balayage sont devenus des appareils très accessibles équipant un grand nombre de laboratoires.

Suite aux efforts des constructeurs pour rendre les logiciels de pilotage très "user-friendly" ainsi qu'à l'apparition des fonctions automatiques (auto-contrast-brillance, auto-focus, auto-stig ...) de plus en plus d'utilisateurs acquièrent des images avec une très grande facilité sans avoir besoin d'une grande expérience.

Cependant que se cache derrière les mots : "balayage", "grandissement", "Scanning Speed", "Tilt correction", etc. ?

Or, la compréhension de ces paramètres est essentielle pour trouver les conditions optimales sans lesquelles on risque de passer à côté de l'information recherchée.

Cette présentation passera en revue tous ces paramètres pour une meilleure compréhension de ces derniers.

15h00 - 15h30 Les dérives en imagerie MEB : origine et correction - Alain JADIN, CERTECH, Belgique

Lors de l'acquisition d'images MEB, différentes perturbations peuvent dégrader la qualité. Il s'agit notamment du bruit électronique, de la distorsion et des autres aberrations issues de l'optique électronique. L'interaction entre le faisceau primaire et l'échantillon peut également être à l'origine de certaines altérations de l'image, par effet de charge, contamination, dégradation de la surface...

Les dérives résultent de ces différents effets, et se manifestent par un déplacement du champ observé. Elles peuvent avoir plusieurs origines, qui seront décrites dans cet exposé. On donnera également quelques pistes pour les réduire ou les éviter.

15h30 - 16h00 Imagerie en environnement gazeux, principe et exemples - Christian MATHIEU, Tayeb AMRIOU, UCCS Artois - Faculté Jean Perrin – Rue Jean Souvraz – 62307 Lens cedex

Les microscopes à balayage sous environnement gazeux présentent la particularité de disposer de deux modes de fonctionnement qui permettent grâce à des détecteurs d'électrons spécifiques d'observer des échantillons dans les conditions de haut vide (10^{-3} Pa) ou dans des conditions de bas vide où la pression peut varier entre 1 et quelques centaines de Pa.

Ce dernier mode est utilisé pour l'observation d'échantillons isolants et/ou sensibles au dégazage. Les principes de détection des différents détecteurs seront explicités en lien avec les interactions se déroulant dans la chambre de l'échantillon.

Des exemples seront présentés pour une bonne optimisation de l'utilisation de ces détecteurs.

16h00 – 16h30 Pause

16h30 – 17h00 Pourquoi le MEB bas voltage peut-il compétitionner avec le MET ? - Raynald GAUVIN, Université McGill, Québec

Les microscopes en balayage avec émission de champs, les plus performants, permettent d'observer des précipités de quelques nanomètres dans des échantillons massifs avec des tensions d'accélération de 3 keV et moins et d'observer à 30 keV des colonnes d'atomes en transmission avec une résolution de 0,16 nm. Comment cela est-il possible ?

Pour répondre à cette question, une revue de l'optique électronique et des types de détecteurs sera présentée. Ensuite, une revue des principes pertinents des interactions-matières sera entreprise en insistant sur l'optimisation de la résolution spatiale selon le type d'échantillons à observer. L'importance des simulations de Monte-Carlo sera discutée dans l'optique d'interpréter et d'optimiser les images haute-résolutions.

De nombreux exemples seront présentés avec des alliages métalliques et des nanomatériaux observés en mode massif à 3 keV et moins et en mode STEM à 30 keV et moins. Des images EDS seront présentées et expliquées ainsi que des images EELS obtenues à 30 keV en mode STEM.

17h00 - 17h30 L'imagerie chimique : comment et pourquoi ? - Denis BOIVIN, ONERA, Chatillon

Les images de répartition des éléments chimiques dans un champ d'analyse donné constituent un complément essentiel à l'imagerie d'électrons (SE et/ou BSE) dans la caractérisation microstructurale des matériaux. Ces images, fournies par les systèmes de microanalyse par spectrométrie EDS dans la grande majorité des cas, peuvent être de qualité variable et de nature diverse.

Dans quelles conditions expérimentales acquérir ces images en fonction de la nature de l'information recherchée ? Après un bref rappel du principe d'acquisition de ces cartographies spectrales, sont rappelées les principaux paramètres expérimentaux influant sur la qualité des images résultantes.

Quelles informations ces images peuvent-elles apporter ? Au travers de quelques exemples d'application, sont exposés les possibilités, l'intérêt et les limitations des principaux outils logiciels d'exploitation par post-traitement des données brutes d'acquisition.

Vendredi 2 décembre 2022

09h00 – 09h30 Correction des défauts de balayage, application pour la mécanique.- Marc BONNET, LMPS, ENS Paris Saclay - CentraleSupélec - CNRS

Dans cette présentation nous montrerons que les systèmes de balayage ne sont pas parfaits.

Suffisamment précis pour de l'observation qualitative, ces défauts de balayage deviennent impactant lorsque l'on souhaite utiliser les images pour obtenir des informations quantitatives fines.

Nous discuterons de leurs impacts dans les applications pour la mécanique et notamment le suivi des déformations.

Enfin nous discuterons des possibilités de corrections de ces défauts.

09h30 – 10h00 Techniques de reconstruction topographique à partir d'images MEB - Eva HERIPRE, PIMM, Arts et Metiers Institute of Technology, CNRS, Cnam, HESAM University, 75013 Paris

La microscopie électronique à balayage, grâce à sa grande profondeur de champ, permet d'obtenir des images de la topographie de surface.

Dans cet exposé, nous présenterons les différentes techniques de mesure de cette topographie à partir de plusieurs images acquises au MEB, en électrons secondaires ou en électrons rétrodiffusés.

Les avantages et inconvénients de ces techniques seront mis en avant.

10h00 - 10h30 Dépôts de produits cosmétiques : d'un film sec sur substrat modèle à une formule hydratée à la surface de la peau - Grégoire NAUDIN, L'Oreal

Dans cette présentation nous proposerons une série d'exemples d'observations et de quantifications de paramètres informatifs sur l'état d'un film de produit cosmétique (simplex ou formulé) sur divers substrats de référence allant de polymères jusqu'à la peau.

10h30 – 11h00 Pause

11h00 – 11h30 Les plateformes d'ions focalisés pour une haute résolution spatiale en spectrométrie de masse - Jean-Nicolas AUDINOT, Advanced Instrumentation for Nano-Analytics (AINA), MRT Department, Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), 41 rue du Brill, L-4422 Belvaux, Luxembourg

Ces dernières années les plateformes d'ions focalisés (Focused Ion Beam, FIB) ont vu leurs performances augmenter pour l'imagerie des électrons secondaires (Secondary Electrons) et de gravure (Milling) grâce au développement de nouvelles source à ions.

Ces sondes ioniques ont des brillances et des densités de courant très élevées. Par exemple, une colonne avec du gaz sous champ (Gas Field Ion Source, GFIS) peut émettre des ions He⁺ ou Ne⁺, avec une brillance de 10⁹ A cm⁻² sr⁻¹ ce qui permet de réaliser des images électroniques avec, respectivement, des résolutions spatiales de 0.3 nm ou 2 nm. Au LIST, nous développons des spectromètres de masse d'ions secondaires (SIMS) pour des plateformes FIB, afin de permettre l'analyse de surface, 2D mais aussi 3D de tous les éléments (et isotopes) de la classification périodique, incluant l'hydrogène et le lithium. La combinaison de ces FIB avec notre système SIMS permet d'obtenir des images analytiques avec une résolution spatiale inférieure à 20 nm, une limite de détection de quelques dizaines de ppm, tout en conservant les performances initiales des plateformes FIB pour l'imagerie ou la gravure.

Après une brève introduction sur ces développements, nous présenterons des cas d'études, où les performances de ces plateformes SIMS-FIB, s'avèrent comme des outils analytiques très puissants pour les défis analytiques actuels et futurs.

11h30 – 12h00 Complémentarité des imageries MEB et MET - Frédéric FOSSARD, CNRS - LEM, Chatillon

L'interaction des électrons avec la matière donne lieu à de nombreux effets physiques et par conséquent génère une grande quantité d'informations qui permettent la caractérisation du matériau. A ce titre, la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission sont des outils de choix qui présentent chacun leurs spécificités.

Après un rappel sur l'origine des effets physiques ainsi que les différences entre les deux instruments, je présenterai leurs atouts et leurs différences pour montrer l'intérêt de croiser les données et obtenir une caractérisation fine du matériau.

12h00 - 13h30 Déjeuner libre

13h30 – 14h00 Couplage de l'imagerie EDS / WDS / cathodoluminescence spectrale : apports en minéralogie et analyse des éléments-trace - Guillaume WILLE, BRGM, Orléans, Ida DI CARLO, ISTO, Orléans

La cathodoluminescence (CL) est un phénomène d'émission photonique que l'on observe lorsqu'un faisceau d'électrons produit par un canon à électrons (dans un MEB, par exemple) bombarde un échantillon. On en trouve des applications dans de nombreux domaines, par exemple les semi-conducteurs, les archéomatériaux, la joaillerie, la minéralogie, et même les échantillons biologiques.

Par exemple, dans le domaine des géosciences, la CL est appliquée sur différents types de roches et de minéraux, afin d'en déterminer des caractéristiques chimiques et cristallographiques, en lien avec l'origine et l'histoire du minéral, la composition chimique, la phase cristallographique, la zonation (nature et distribution des éléments chimiques, tant majeurs, que mineurs et traces)...

Différents types de systèmes installés sur des MEB et microsondes électroniques permettent d'accéder à des données spectrales et des images de luminescence, d'une image

panchromatique (intensité globale de luminescence) à l'imagerie hyperspectrale permettant un traitement fin des données spectrales (nature des phases, éléments-traces tels que lanthanides, métaux...). Couplée à l'analyse chimique élémentaire (EDS, WDS), la CL est un outil puissant de caractérisation des matériaux, et notamment les géomatériaux.

14h00 – 14h30 Le signal EBSD abordé sous tous les angles - Fabrice GASLAIN, Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux (MAT), UMR7633 CNRS, 91003 Evry

La diffraction des électrons rétrodiffusés ou EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) dans le MEB est une technique de choix pour analyser la microstructure des matériaux dès lors qu'ils sont cristallins. Grâce aux progrès technologiques effectués sur les caméras d'acquisition du signal EBSD et au niveau de l'informatique, cette technique n'a cessé d'évoluer depuis maintenant une trentaine d'années. Il est désormais possible d'accéder de plus en plus rapidement à des volumes de données toujours plus importants, à des microstructures plus fines ou des microstructures plus déformées grâce à de nouveaux traitements du signal.

Dans cet exposé, nous rappellerons l'origine du signal EBSD puis nous aborderons les différentes méthodes d'indexation des clichés EBSD nous permettant d'associer une orientation cristallographique pour chaque cliché. Ensuite, je vous présenterai plusieurs exemples de représentations de microstructures et les limitations qu'on peut rencontrer. Puis nous découvrirons de nouvelles solutions de traitement d'images permettant d'améliorer l'indexation des clichés EBSD et offrant de nouvelles perspectives pour représenter les microstructures des matériaux analysés.

Fin des Journées pédagogiques