

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ-BOUIRA



Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de chimie

Mémoire de fin d'étude

Présenté par :

MESSAD Lydia

ALLEM Kamilia

En vue de l'obtention du diplôme de **Master** en :

Filière : CHIMIE

Option : Chimie des matériaux

Thème :

Contribution de la microscopie électronique dans l'étude des matériaux.

Devant le jury composé de :

- | | | | |
|--------------------------|------|-------|-----------|
| - Mr KAOUA Rachedine | MCA | UAMOB | Président |
| - Mr BENABBAS Abderrahim | Prof | UAMOB | Promoteur |
| - Mr SBARGOUD Kamal | MCA | UAMOB | Examineur |
| - Mr HALOUANE Mourad | MAA | UAMOB | Examineur |

Année Universitaire 2019/2020

Remerciements

Nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail.

Un énorme remerciement est adressé à l'ensemble de l'équipe pédagogique, qui nous a suivi durant nos cinq années d'études et qui nous a transmis toutes les connaissances nécessaires à notre apprentissage.

*Nous tenons à présenter nos remerciements à **Mr BENABBAS Abderrahim**, l'encadreur de notre travail, pour ses directives, son aide, sa patience et ses conseils avisés pendant la réalisation de ce modeste mémoire.*

*Nous souhaitons exprimer nos sincères remerciements à notre président de Jury, **Mr KAOUA Rachedine**, c'est un grand honneur d'avoir accepté d'évaluer notre travail.*

*Nous adressons aussi toute notre gratitude à **Mr SBARGOUD Kamal** et **Mr HALOUANE Mourad**, qui ont accepté de juger ce travail en tant qu'examineurs.*

Nos sincères remerciements et reconnaissances à nos parents, nos familles et nos sœurs du cœur qui nous ont assisté et encouragé tout au long de notre cursus.

Merci à ceux et celles qui nous ont aidé d'une façon ou d'une autre, de près ou de loin dans notre travail, nous les remercions du fond du cœur pour leur confiance et leurs conseils.

الحمد لله

Sommaire

Table des figures

Liste des tableaux

Table des abréviations

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Généralités.....	4
I.1 Définitions.....	5
I.2 L’histoire du microscope optique.....	7
I.3 Limite du microscope optique.....	7
I.4 Historique de l’avènement du microscope optique.....	9
Bibliographie.....	11
Chapitre II : Microscope Electronique à Balayage.....	12
II.1 Fonctionnement simplifié.....	13
II.2 Utilisation du MEB.....	16
II.3 Les différents éléments constitutifs du MEB.....	20
II.4 L’échantillon et sa préparation.....	25
II.4.1 Compatibilité avec le vide.....	25
II.4.2 Conductibilité électrique.....	26
II.4.3 Tenue au faisceau.....	27
II.4.4 Platine porte-échantillon et chambre.....	27
II.5 Interaction électron-matière.....	28
II.6 L’acquisition de l’image.....	33

II.7 Exemple d'image de MEB.....	33
Bibliographie.....	38
Chapitre III : Microscope Electronique à Transmission.....	40
III.1 Principe et fonctionnement.....	41
III.1.1 Principe.....	41
III.1.2 Interaction électron matière.....	42
III.1.2.1 Interaction élastique.....	43
III.1.2.2 Interaction inélastique.....	43
III.1.2.3 Diffraction électronique.....	43
III.1.3 Fonctionnement simplifié.....	44
III.1.3.1 Mode image.....	46
III.1.3.2 Mode diffraction.....	47
III.1.4 Formation de l'image.....	48
III.2 Instrumentation.....	49
III.2.1 Le canon à électron.....	50
III.2.2 Les lentilles.....	51
III.2.2.1 Les condenseurs.....	51
III.2.2.2 La lentille objectif.....	52
III.2.2.3 Les lentilles d'agrandissement.....	52
III.2.3 Système de vide.....	52
III.3 Le contraste en MET.....	53
III.4 Haute résolution et diffraction	53

III.5 Préparation de l'échantillon.....	54
III.6 Exemples d'image obtenue par le MET.....	55
Bibliographie.....	59
Conclusion générale.....	60

Table des figures

Figure I.1 : Constitution de la microscopie optique.....	6
Figure II.1 : Effets topographiques sur le contraste de l'image.....	14
Figure II.2 : Schéma de principe du Microscope électronique à balayage.....	21
Figure II.3 : Sources à émission thermoélectronique.....	22
Figure II.4 : Sources à émission de champ.....	22
Figure II.5 : Différents signaux émis et la forme générale de la poire d'interaction.....	28
Figure II.6 : Le diamètre moyen de la poire calculé selon la formule de KO.....	29
Figure II.7 : Electrons rétrodiffusés.....	30
Figure II.8 : Electrons secondaires.....	31
Figure II.9 : Micrographie MEB composite ($^{35}\text{Cr Mo}_4$).....	33
Figure II.10 : Micrographie du revêtement d'acier 100Cr ₆	34
Figure II.11 : Micrographie MEB de $\text{LiTi}_{0.6}\text{Sn}_{1.4}(\text{PO}_4)_3$	34
Figure II.12 : Observation au MEB d'une fibre de bois.....	35
Figure II.13 : La cartographie SE et ESB de la dentine de canal radiculaire.....	36
Figure II.14 : La cartographie de SE et de BSE des comprimés de WMTA.....	37
Figure III.1 : Schéma simplifié d'interaction é-matière dans un MET.....	42

Figure III.2 : Interaction élastique et inélastique.....	43
Figure III.3 : Interaction de diffraction électronique.....	43
Figure III.4 : Schéma d'un microscope électronique en transmission.....	45
Figure III.5 : Image en champ clair (faisceau parallèle).....	46
Figure III.6 : Mode diffraction du faisceau électronique.....	47
Figure III.7 : Schéma partiel du microscope électronique en transmission, illustrant les modes images et diffraction.....	48
Figure III.8 : Structure d'un MET et de chemin optique.....	50
Figure III.9 : Préparation d'un échantillon pour analyse TEM.....	55
Figure III.10 : Image du porte échantillon (grille).....	55
Figure III.11 : Image moyenne résolution montrant en particulier la texture.....	56
Figure III.12 : Image de diffraction monocristalline.....	56
Figure III.13 : Image de diffraction poly-cristalline.....	56
Figure III.14 : Image de diffraction d'un cristal maclé.....	57
Figure III.15 : Image haute résolution d'un cristal maclé.....	57
Figure III.16 : Image haute résolution d'un cristal Co partiellement oxydé.....	57
Figure III.17 : Image très haute résolution d'un métal avec des parois de phase moyenne résolution.....	58
Figure III.18 : Image haute résolution de nanoparticule d'or.....	58

Liste des tableaux

Tableau II.1: Comparaison entre différentes microscopies.....18

Tableau II.2: Caractéristiques principales des différentes sources d'électrons.....23

Table des abréviations

%/h	Pourcentage par heure
Å	Angstrom
AFM	Microscopie à Force Atomique
Au	Or
Au-Pd	Alliage Or-Palladium
C	Celsius
CCD	Dispositif à transfert de charge (Charge-Coupled Device)
CL	Luminescence cathodique (Cathodo luminescence)
Cr	Chrome
Cs	Césium
ddp	Différence de potentiel
EBIC	Courant induit par faisceau d'électron (Electron Beam-Induced Current)
EBSD	Diffraction par rétrodiffusion électronique (Electron Backscatter Diffraction)
EBSP	Motif de rétrodiffusion d'électron (Electron Back-Scatter Pattern)
EDS	Spectroscopie a rayon X a dispersion d'énergie (Energy dispersive X-ray Spectroscopy)
EPMA	Microanalyseur à sonde électronique

	(Electron Probe Micro-Analyzer)
ESEM	Microscopie électronique à balayage environnement (Environmental Scanning Electron Microscopy)
eV	Electron volt
Fe	Fer
FEG	Canon à effet de champ (Field Emission Gun)
g/cm³	Gramme par centimètre cube
HR	Haute résolution
Ir	Iridium
K	Kelvin
KeV	Kilo électron volt
KV	Kilo volt
LaB₆	Hexaborure de lanthane (Lanthanumhexaboride)
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MET	Microscopie Électronique à Transmission
mm	Millimètre
nm	Nanomètre
Os	Osmium
Pd	Palladium
Pt	Platine
Re	Rhénium
S	Seconde

SAS	La chambre d'échantillon (système sous vide)
SE	Electron secondaire (Secondary Electron)
SEI	Imagerie d'électron secondaire (Secondary electron imaging)
TTL	Thourgh The Lens
V	Volt
V/cm	Volume par centimètre
W	Tungstène
W-Re	Alliage Tungstène-Rhénium
WD	Distance de travail (Working distance)
Z	Numéro atomique
λ	Longueur d'onde
μ	Micron

Introduction générale

Depuis toujours l'homme s'interroge sur le monde qui l'entoure. Dès les premiers temps nos ancêtres ont essayé de donner des explications aux différents phénomènes de la nature. Afin de comprendre la relation entre la structure et les fonctions des organismes vivants ainsi que les propriétés macroscopiques des matériaux, nous avons besoin d'observer des détails qui se situent au-delà de la limite de l'œil humain. Aujourd'hui les frontières entre les différentes disciplines qui composent les sciences dures sont beaucoup plus perméable, lorsqu'on étudie l'infiniment petit on descend vers un monde incroyable où se mêlent des phénomènes biologiques, des réactions chimiques, des interactions physiques...C'est dans cet univers de l'infiniment petit inaccessible à nos yeux et pourtant tout aussi vaste et mystérieux que l'immensité des yeux plus étrange et plus magique que n'importe quelle science-fiction ou fantaisie. En commençant par nous réduire de l'unité de longueur du système métrique (mètre m) jusqu'à atteindre le domaine du nanomètre ($1\text{nm}=10^{-9}$ m), picomètre ($1\text{pm}=10^{-12}$ m), le femtomètre ($1\text{fm}=10^{-15}$ m) ainsi que l'Angström (Å): la dimension caractéristique de l'atome la plus petite particule d'un élément. Ce qui nous conduit à s'interroger comment peut-on arriver jusqu'à cette échelle? Comment peut-on étudier, caractériser et visualiser une matière? Ce ne sont que les progrès récents de l'instrumentation scientifique qui ont pu porter des réponses positives. En particulier le microscope électronique. C'est un instrument qui permet d'obtenir des images de hautes résolutions d'une vaste gamme d'échantillons, et qui permet d'observer des détails de taille de l'ordre du nanomètre, c'est l'une des techniques d'observation les plus puissantes à l'heure actuelle, ce qui lui permet d'être utilisé dans des applications éducatives, scientifiques et industrielles.

Le présent travail est consacré tout particulièrement à l'étude des microscopes électroniques à balayage et à transmission. Après une introduction générale sur le thème, le premier chapitre résume les généralités sur la microscopie optique, et l'apport de la découverte de l'aspect ondulatoire de l'électron dans l'émergence de la microscopie électronique. Dans le deuxième et le troisième chapitre on décrit respectivement le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET) où on présente le principe général de fonctionnement et de l'appareillage, une description de l'interaction électron-matière, la préparation de l'échantillon, les principaux modes d'imagerie qui seront illustrés par

des exemples de matériaux divers. Une conclusion générale rappelle l'essentiel des informations exposées.

Chapitre I : Généralités

Afin de comprendre la relation entre la structure, la composition et les propriétés macroscopiques des matériaux, nous avons besoin d'observer des détails qui se situent très au-delà de la limite de l'œil humain. Les techniques de microscopie optique sont les plus anciennes, elles apprécient des détails de l'ordre du micromètre. Aujourd'hui il existe plusieurs variantes. Tel que Le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET).

I.1 Définitions

Le microscope est un instrument qui grossit de nombreuses fois l'image des objets trop petits pour être vus à l'œil nu. De façon associée, on définit:

➤ Grossissement

Le rapport de la taille de l'image de l'objet à sa taille réelle; le nombre de fois un objet est agrandi. Un grossissement de "x 100" veut dire que l'image est 100 fois plus grande que l'objet réel.

➤ Résolution

La capacité du microscope de donner une image claire et précise, la capacité de séparer des détails.

➤ Observation de l'image

Elle passe par son exposition à un rayonnement mono ou poly-longueur d'onde λ que l'on désigne par rayonnement primaire, suite à l'interaction rayonnement-matière, un ensemble de rayonnements dits secondaires vont être renvoyés par l'échantillon que l'on peut exploiter à travers divers détecteurs correspondants, ce qui permet d'obtenir diverses informations sur cet échantillon en particulier en imagerie.

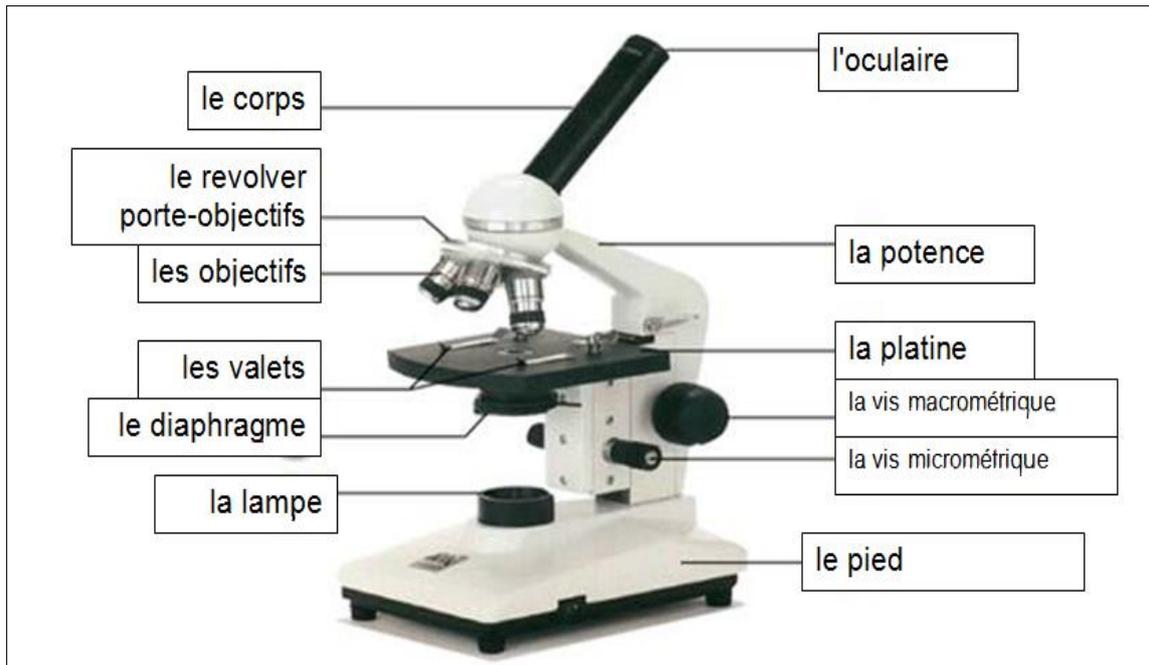


Figure I.1: Constitution d'un microscope optique.

Par exemple, en microscopie optique (**Figure I.1**), le rayonnement primaire est de la lumière visible et le rayonnement secondaire est la même lumière après avoir subi des phénomènes comme la réflexion, la réfraction, l'absorption et la transmission et que l'on reçoit par l'œil directement ou indirectement à travers un écran. Ses caractéristiques générales sont:

- Comprend plusieurs lentilles
- Requiert une source de lumière
- La lumière passe à travers du spécimen et puis à travers les lentilles. Les lentilles plient la lumière pour que l'image soit agrandie
- Résolution: fraction du micromètre
- Un grossissement de x40 à x1000
- Peut être utilisé pour voir des spécimens vivants

I.2 L'histoire du microscope optique

L'histoire de création du microscope est une histoire qui n'a pas de commencement on ne peut pas dire qu'on a eu du jour au lendemain un instrument dit microscope, c'est le fruit de la recherche du perfectionnisme des systèmes optiques naturelles depuis l'éternité.

Le premier microscope a été créé en 1595, à l'époque du roi Henri IV. C'est Zacharias Janssen, un fabricant de lunettes hollandais, qui a eu l'idée de superposer deux verres de lentille (les lunettes de l'époque) dans des tubes coulissants, afin de grossir de très petites choses. Quatre-vingt ans plus tard, Antoine van Leeuwenhoek et Robert Hooke y apportent quelques modifications pour observer des choses qui étaient invisibles.

Au court du temps, le développement des microscopes a progressé avec l'évolution des diverses branches de la science et de la technologie pour atteindre l'état de l'art actuel et répondre aux multiples exigences techniques.

I.3 Limites du microscope optique

La résolution est limitée par la valeur de la longueur d'onde du rayonnement utilisé en relation au phénomène de diffraction (la longueur d'onde doit être très inférieure à la taille de l'objet à observer).

Ce qui explique les limites en microscopie optique avec la lumière visible (longueur d'onde entre 400 et 800 nm), on peut penser à utiliser les rayons X qui sont une lumière de longueur d'onde de l'ordre de Å , toutefois on ne dispose pas des accessoires adaptés à ces longueurs d'onde ce qui empêche d'observer avec ces lumières des objets plus petits.

Cependant un autre type de rayonnement est venu à la rescousse pour la science humaine; en effet et suite à la théorie de De Broglie (confirmée par la suite surtout en ce qui concerne les prévisions numériques) sur la dualité onde-corpuscule pour n'importe quelle particule dont le principe est le suivant :

- Hypothèse ondulatoire de L. De Broglie (1923)

- Conciliation de l'aspect corpusculaire et ondulatoire de la lumière
- Combinaison des équations d'Einstein (relativité) et de Planck (quanta)

$$E = pc \quad \rightarrow \quad pc = h\nu \quad \leftarrow \quad E = h\nu$$

$$\downarrow \quad \leftarrow \quad \lambda = \frac{c}{\nu}$$

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

- Généralisation du concept aux particules matérielles
- A toute particule d'impulsion $p = mv$, on associe une onde :

$$\lambda = \frac{h}{mv} \rightarrow \text{longueur d'onde de De Broglie}$$

Donc pour contrôler la longueur d'onde on joue sur la vitesse v de la particule de masse m ; techniquement, ceci est rendu simple par l'utilisation de champs électrique et magnétiques sur des particules qui doivent être chargées. Un exemple est donné ci-dessous avec des électrons accélérés avec une différence de potentiels ddp de 120 V:

$$\frac{1}{2}mv^2 = e.V$$

$$v = \sqrt{\frac{2eV}{m}}$$

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

$$= \frac{h}{m\sqrt{\frac{2eV}{m}}}$$

$$= \frac{h}{\sqrt{2meV}}$$

$$= \frac{6.62 \times 10^{-34}}{\sqrt{2 \times 9.1 \times 10^{-31} \times 1.6 \times 10^{-19} \times V}}$$

$$\begin{aligned}
 &= 12.25 \frac{\times 10^{-10}}{\sqrt{V}} \text{m} \\
 &= 12.25 \times \frac{10^{-10}}{\sqrt{120}} \text{m} \\
 &= 1.118 \times 10^{-10} \text{m}
 \end{aligned}$$

Pour des ddp encore plus élevées, la longueur d'onde est nettement inférieure à l'Å (taille des atomes). A partir de là est venue l'idée du microscope électronique.

I.4 Historique de l'avènement du microscope électronique

➤ **1924:** Louis de Broglie (1892-1987) associe à toute particule une onde de longueur d'onde $\lambda=h/p$ (thèse de doctorat). Il obtint le prix Nobel de physique en 1929 "pour sa découverte de la nature ondulatoire des électrons".

➤ **1926:** Hans Busch montre qu'une bobine circulaire peut focaliser un faisceau d'électrons selon la même loi que celle qui gouverne la focalisation de la lumière par des lentilles optiques en verre. Il crée l'optique électronique.

➤ **1933:** Max Knoll et Ernst Ruska (1906-1988, prix Nobel de physique 1986 pour leur travaux fondamentaux en optique électronique et pour la conception du premier microscope électronique) construisent le premier microscope électronique en transmission dont la résolution est de quelques nm (Berlin Technische Hochschule).

➤ **1935:** Max Knoll conçoit un système de balayage des électrons. La focalisation des électrons par une lentille électronique peut varier en fonction de la nature du courant qui alimente la bobine de la lentille (en dents de scie ou en escalier). Le faisceau pouvait ainsi balayer la surface de l'échantillon à 50 images/s. Les électrons étaient accélérés par 500-4000V.

➤ **1938:** Manfred Von Ardenne installe des bobines de balayage sur un microscope en transmission. C'est le premier MEBT microscope à balayage par transmission (STEM, scanning transmission electron microscope). Il permet l'étude d'échantillons très fins en transmission. La première image obtenue fut celle d'un cristal de ZnO grossi 8000 fois. La résolution était de 50 à 100 nm. L'obtention de l'image fut réalisée en vingt minutes sur un film photographique.

➤ **1934 et 1942:** Vladimir Zworykin et J Hillier et RL Snyder, publient les détails du premier MEB (SEM). Ce MEB permet l'analyse de surfaces opaques. Les électrons étaient accélérés sous 10keV et l'appareil était doté de trois bobines électrostatiques. La résolution était de 50nm. Le canon à électrons se trouvait en bas du microscope pour que la chambre d'analyse soit à bonne hauteur pour le manipulateur.

➤ **1949:** Raymond Castaing présenta le 1^{er} microanalyseur X par sonde électronique appelée ensuite microsonde de Castaing. Il permet d'effectuer l'analyse du spectre de rayons X généré dans une cible par un faisceau d'électrons finement focalisé.

➤ **1952:** Charles Oatley et Dennis Mc Mullan construisent le MEB avec une impression de relief de l'image caractéristique des MEB modernes. La résolution était de 50nm.

➤ **1960:** Thomas E Everhart et Richard F Thornley inventent le détecteur Everhart-Thornley (ET) qui permet de collecter les électrons secondaires au moyen d'un guide d'onde. Ce détecteur permit un développement rapide des MEB au détriment des MET.

Bibliographie

- [1]. Colliex, Christian. "La Microscopie Électronique." Presses universitaires de France, 1998. (ISBN: 2130486657)
- [2]. Croft, William J. Sous le microscope: une brève histoire de la microscopie. Vol. 5. World Scientific, 2006. (ISBN: 9810237812).
- [3]. Eberhart, Jean-Pierre. Analyse structurale et chimique des matériaux. 1997. (ISBN-10: 2100033670).
- [4]. Hawkes, Peter W. Progrès en imagerie et physique électronique. Elsevier, 2004. (ISBN: 9780080490046).
- [5]. Kociak, M. "Introduction à la microscopie électronique." Collection de la Société Française de la Neutronique. Vol. 8. EDP Sciences, 2007.
- [6]. Leng, Yang. Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods. John Wiley & Sons, 2009. (ISBN: 978-0-470-82298-2 HB).
- [7]. Murphy, Douglas B. Fondamentaux de la microscopie optique et de l'imagerie électronique. John Wiley & Sons, 2002.

*Chapitre II : Microscope
électronique à balayage*

La microscopie électronique propose essentiellement de l'information sous forme d'images ou de cartes bidimensionnelles d'un objet tridimensionnel. Une image conventionnelle de microscopie électronique à balayage présente une vision sous un angle donné de la surface de l'échantillon, permettant d'obtenir des images de surface avec des grossissements allés de x10 jusqu'à environ x500000.

Le MEB conventionnel fonctionne dans un vide ordinaire (10^{-5} à 10^{-6} mbar), les échantillons peuvent être de dimension allant de quelques μm (particules) à une dizaine de cm de diamètre. Ils doivent supporter le vide sans le polluer et être conducteurs. La préparation est en général simple.

Le MEB à pression contrôlée (dit environnemental ou Low vacuum) permet l'observation dans un vide allant jusqu'à 30 mbar, rendant ainsi possible l'examen d'échantillons humides ou gras (échantillons biologiques), d'isolants sans métallisation préalable (céramiques, métaux corrodés), voire en présence de liquide. Equipé de détecteurs appropriés, le MEB permet de faire entre autres de la microanalyse X et l'analyse élémentaire locale.

II.1 Fonctionnement simplifié

L'image MEB est une image reconstituée : une sonde, le faisceau d'électrons, balaye la surface de l'échantillon, un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde pour en former une image, cartographie de l'intensité de ce signal.

Le MEB est constitué d'une source d'électrons qu'un jeu de lentilles "condenseur" focalise sur un diaphragme. Une deuxième lentille "objectif" refocalise ce faisceau sur l'échantillon en un spot très fin (<15 à 200 \AA). Un jeu de bobines de déflexion permet de déplacer le faisceau et donc de balayer l'échantillon; ceci forme la sonde.

Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a essentiellement :

- rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident avec plus ou moins de perte d'énergie
- émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant des couches

externes des atomes de l'échantillon

- émission de rayons X
- émission des électrons de type Auger
- émission de photons UV-visible
- écoulement d'un courant vers la masse.

Tous ces signaux peuvent servir à former une image. Le détecteur de base du MEB (E.T: Everhart-Thornley) récupère un mélange en proportion variable d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés, proportion dépendant de l'énergie primaire, de la distance échantillon-objectif, de l'angle d'incidence du faisceau primaire, du matériau observé. D'autres détecteurs permettent de discriminer les électrons secondaires des électrons rétrodiffusés.

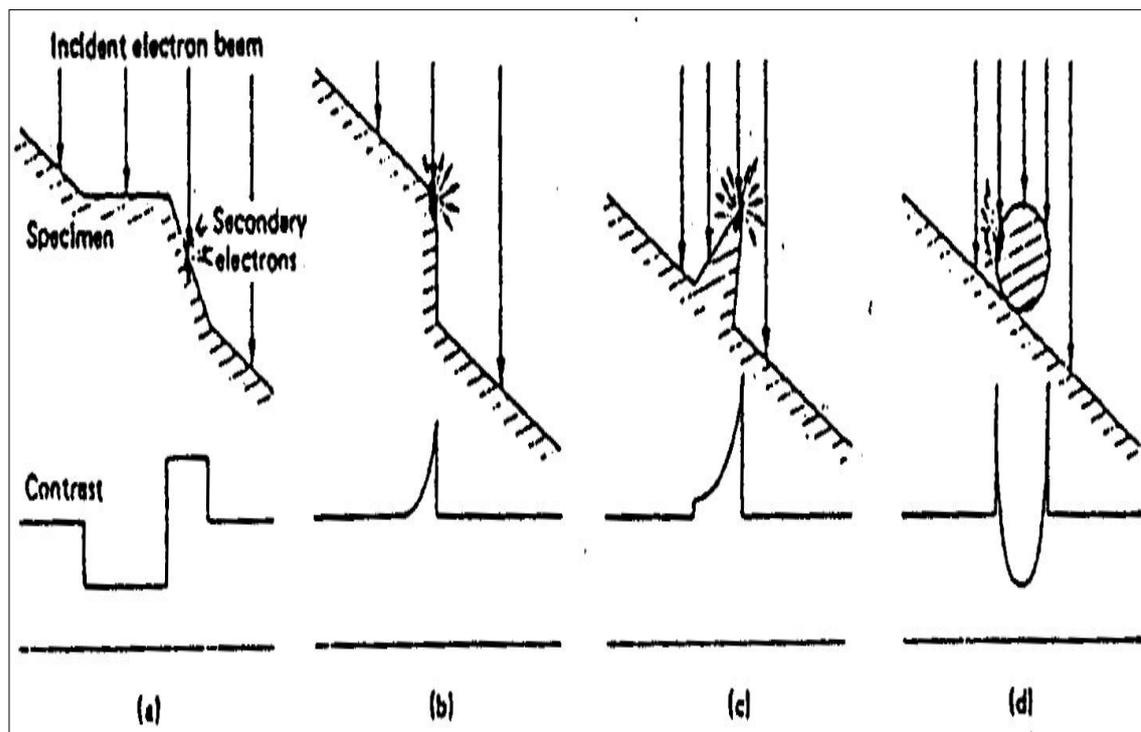


Figure II.1: Effets topographiques sur le contraste de l'image.

Le contraste (*i.e.* la variation locale de l'émission électronique) de l'image provient d'effets topographiques, chimiques et structuraux, régissant la rétrodiffusion et l'émission secondaire. Les aspects topographiques sont en général l'élément pris en

compte en premier :

➤ Effet d'inclinaison de la surface par rapport au faisceau incident (**Figure II.1.a**): l'intensité d'émission secondaire est minimale à la normale du faisceau, maximale en incidence rasante;

➤ effet d'arête et de pointe (**Figure II.1.b, c**): l'émission secondaire est plus intense sur des pointes et des arêtes fines et il apparaît une surbrillance de celles-ci;

➤ effet d'ombrage : le détecteur étant monté latéralement sur le microscope, toutes les parties de l'échantillon ne le "voient" pas sous le même angle, et la probabilité pour les électrons rétrodiffusés d'atteindre le collecteur est plus faible pour les parties "à l'ombre" (**Figure II.1.d**);

➤ effet de composition de l'échantillon : un élément de numéro atomique élevé rétrodiffuse davantage les électrons primaires, et ceux-ci excitent sur leur trajet de sortie un surplus d'émission secondaire. Ce contraste est visible si le contraste de relief est suffisamment doux ou si la différence de numéro atomique est suffisamment grande.

Le grandissement est déterminé par le rapport entre la surface balayée sur l'échantillon (un rectangle de dimension variant entre quelques mm et une fraction de micromètres de côté), et la dimension du document final sur l'écran d'observation. Plutôt que de parler de grandissement, il peut être judicieux de parler de la taille du champ observé.

L'image en électrons secondaires se caractérise par une très bonne définition, jusqu'à des grandissements compris entre x20.000 et x50.000 en conventionnel, jusqu'à >500.000 en haute résolution, avec des résolutions latérales limites de 10 à 200 Å, suivant l'échantillon, l'appareil et les paramètres d'observation. Un montage du détecteur dans la lentille objectif (dit "In Lens" ou "TTL") permet d'éliminer la plus grande part des électrons rétrodiffusés, et d'obtenir une image mieux définie de la surface, particulièrement à basse énergie primaire.

L'image en électrons rétrodiffusés a une résolution latérale au mieux de l'ordre de 0.1 µm. L'utilisation d'un détecteur spécialisé (à semi-conducteur ou à scintillateur) permet de faire ressortir un contraste qui est en fonction du numéro atomique des

éléments présents. Un élément lourd donnera un signal intense et donc une zone claire ; un élément léger donnera un signal faible et donc une zone sombre, en quelque sorte une cartographie de numéro atomique. Ce mode de fonctionnement nécessite une surface plane pour minimiser le contraste dû au relief. Il est alors riche de possibilités, en particulier comme base pour une analyse d'image d'un échantillon de composition hétérogène. En revanche, l'identification des éléments présents nécessite l'utilisation d'une autre méthode, typiquement la microanalyse X.

Le MEB est un appareil de compromis. Il est de première importance de ne pas confondre le grandissement et la résolution ultime ainsi que le grandissement et la résolution pratique. Ces grandeurs sont en fonction de la tension d'accélération du courant primaire. Il sera donc nécessaire de déterminer la série de réglages adaptée à chaque échantillon.

II.2 Utilisation du MEB

On trouve actuellement 3 types d'utilisation du MEB, et les instruments spécialisés en conséquence :

- l'imagerie "de base", prolongement naturel de la microscopie optique, couvrant des grandissements de x25 à x10.000, avec un maximum occasionnel de x30.000 à x50.000 (géologie, métallographie, polymère, granulométrie, etc.).
- l'imagerie en mode "Low Vacuum", pour des échantillons aqueux, gras, à fort dégazage ou isolants (biologie, agroalimentaire, papier, géologie, etc.). Les grandissements sont du même ordre que pour l'imagerie "de base".
- l'imagerie dite "haute résolution", où tout l'instrument est optimisé pour atteindre la résolution ultime et faire facilement des observations dans des grandissements de x50.000 à x400.000, voire plus (nanotechnologies, nano-poudres, semi-conducteurs). Ce type d'instrument permet des observations à très faible énergie primaire, ce qui donne une grande richesse de détails, déjà à des grandissements faibles (x2000 à x10.000).

A ces orientations de base, s'ajoute l'aspect analytique (EPMA, CL) et structural (EBSD), qui peuvent se greffer sur chacun de ces types d'appareils. S'y ajoute aussi en

biologie le mode "cryo", où l'échantillon est congelé, puis fracturé et observé à froid (azote liquide). Malgré un large domaine de recouvrement, ces appareils sont très différents, tant dans les performances qu'en matière de prix.

Les méthodes de caractérisation complémentaires (**Tableau II.1**) aux MEB sont, en amont, les microscopies optiques, essentiellement en réflexion (champs clairs et lumière polarisée, occasionnellement DIC) et, en aval, l'AFM, qui permet une quantification des hauteurs, le MEB ne quantifiant facilement que X et Y, et enfin le Microscope Electronique en Transmission, qui nécessite une préparation d'échantillon plus complexe.

Tableau II.1: Comparaison entre différentes microscopies

	MEB	M. optique	AFM	MET
Informations principales	<ul style="list-style-type: none"> -Morphologie -Effet de relief, rugosité -Profondeur de champ -Grandissements de x10 à x500000 Imagerie de la répartition d'inhomogénéités de composition (sans identification d'éléments) 	<ul style="list-style-type: none"> -Morphologie -Rugosité (très sensible en DIC) -Réflexion et transmission -Grossissement de x10 à x1500 -Image colorée -Image en lumière polarisée 	<ul style="list-style-type: none"> -Imagerie 3D (latérale XY, hauteur Z) -Topographie de surface et rugosité -Possible à l'air, sur matériaux moux -Fenêtre image de 10nm à 150 µm -Magnétisme 	<ul style="list-style-type: none"> -Morphologie, image par projection, donc sans relief -Grandissement > x1 000 000 -Diffraction et donc détermination d'espèces et /ou de structures cristallographiques
Informations absentes	<ul style="list-style-type: none"> -Pas d'information structurale autre que les formes cristallines " macroscopiques " en standard, mais possible en EBSP -Info de relief (z) relative 	<ul style="list-style-type: none"> -Pas de profondeur de champs 	<ul style="list-style-type: none"> -Pas de sensibilité chimique 	<ul style="list-style-type: none"> -Pas d'information de surface, uniquement par section et projection -Pas de profondeur de champs

A continuer

Résolution latérale	-1.2nm ultime, jusqu'à 10 à 50nm en pratique -Dépendant de l'énergie, du courant et du type de MEB (source, optique, détection.)	-Inférieure au micron, dépend de l'éclairage et de l'optique (lumière blanche ou monochromatique, objectif. a sec ou à l'immersion)	Contact: résolution atomique ou moléculaire Vibrant :<10-15nm (pointe classique, courbure de r=5-10nm) Meilleure avec pointe superfine (courbure de r=2nm)	0.5 à 0.3 nm
Epaisseur concernée	1-10nm en SEI 100nm en BEI	-50 à 100 nm en réflexion -Jusqu'à qlq microns en transmission -Dépend du matériau	-Surface de l'échantillon -Hauteurs mesurées de 0.1 nm à qlq 10 µm	-Epaisseur de la préparation (50nm)
Exigences principales de préparation	-Tenue au vide et conducteur en MEB conventionnel -Tenue au vide uniquement en MEB HR à basse tension -Solvants et isolants possibles en MEB Low Vacuum ou environnemental	-Observation de l'échantillon brute possible -Polissage conseillé	-Surface propre (contamination évitée) -Possible pour conducteurs, semi-conducteurs et isolants (contrairement au MET) -Eviter les rugosités trop importantes	-Echantillon mince, <100nm -Tenue au faisceau -Préparation "lourde "

Partant du principe de fonctionnement général du microscope à balayage, il est utile de passer en revue les différents paramètres qui déterminent l'image obtenue, en particulier ceux sur lesquels l'utilisateur peut contrôler.

II.3 Les différents éléments constitutifs du MEB

La **figure II.2** présente le principe de fonctionnement général du MEB, avec les différents éléments de la colonne.

On trouve que la colonne est formée de :

- La source, filament (A)+Wehnelt ou pointe (B)+ anode accélératrice (C)
- Le (les) condenseur(s), avec leurs diaphragmes (D)
- L'objectif avec son diaphragme et le système de balayage et de contrôle de l'astigmatisme (E, F, G, H)
- S'y ajoutent des bobines d'alignement ainsi que des éléments optiques correctifs non représentés
- L'échantillon (I), qui participe activement et détermine beaucoup de chose dans la formation de l'image, avec la platine permettant les déplacements
- Les détecteurs (J, K) et le dispositif de visualisation, lui-même couplé à la colonne par le système de balayage

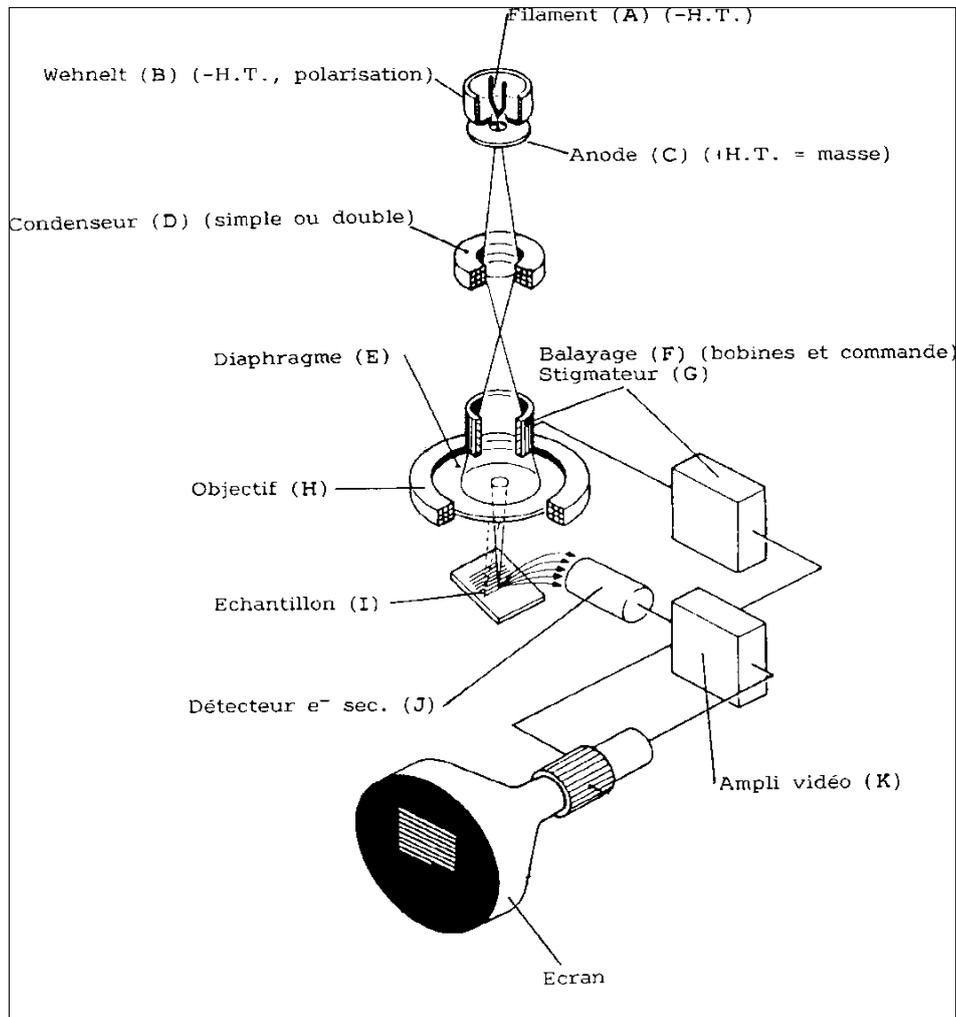


Figure II.2: Schéma de principe du Microscope électronique à balayage

Il existe deux familles de sources d'électrons:

➤ Source à émission thermoélectronique (**figure II.3**) : Un filament (W, W-Re, monocristal de LaB_6) est chauffé par effet Joule à une température suffisante pour que l'énergie fournie soit supérieure au travail de sortie des électrons. Une anode à la masse (pour raison de sécurité) est donc polarisée à un potentiel de plusieurs dizaines de kV (c'est le filament qui est à un potentiel négatif) extrait ces électrons et les accélère à l'énergie primaire choisie.

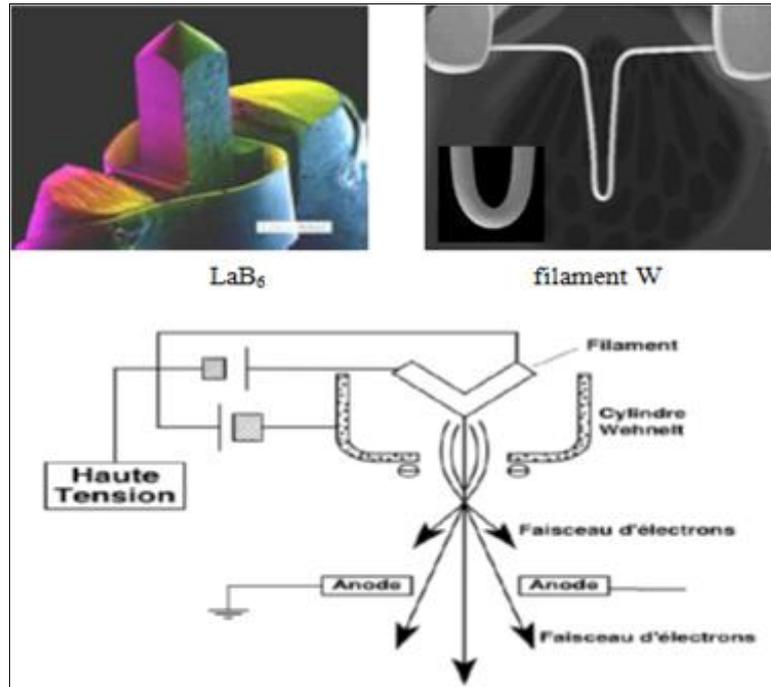


Figure II.3: Sources à émission thermoélectronique

➤ Sources à émission de champ (**Figure II.4**): Une pointe monocristalline orientée très fine est placée en regard d'une électrode annulaire, et une ddp est appliquée entre les deux, de manière à créer un champ électrostatique très intense (10^9 V/cm) et extraire les électrons par effet tunnel. Une deuxième électrode les accélère. Selon le cas, l'émission se fait à température ambiante (FEG dit "froid"), ou avec une assistance thermique (FEG dit "Shottky").

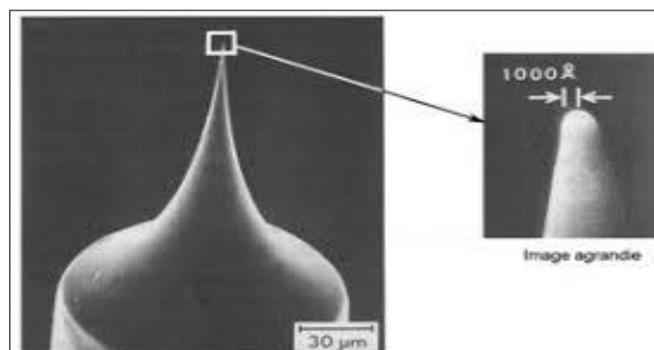


Figure II.4: Sources à émission de champ

Le **tableau II.2** donne les caractéristiques principales des différentes sources d'électrons utilisées. C'est un choix fait à l'achat et qui conditionne fortement le prix de l'équipement. L'utilisation principale du MEB (images à faible grandissement, haute

résolution, analyse X intensive, etc.) va déterminer ce choix. Les critères seront les exigences en terme de résolution, de stabilité en courant, de coût d'achat et de coût de maintenance.

Tableau II.2: Caractéristiques principales des différentes sources d'électrons

Type de source	Thermoélectronique		Emission de Champs "froid"	Emission de Schottky
Matériaux (plan cristallographiques)	Fil W.i15	LaB ₆ (100)	W (300)	W(100)/ZrO
T° de service (K)	2800	1900	300	1800
Diam. du crossover	20-50 nm	10-20 nm	2.5-10 nm	15 nm
Travail de sortie (eV)	4.6	2.7	4.5	2.8
Dispersion en énergie (eV)	1-2	0.5-2	0.2-0.4	0.35
Brillance (A.cm ⁻² .sr ⁻¹ .kV)	10 ⁴	10 ⁵	10 ⁷	10 ⁷
Courant de sonde max. (nA)	10 ³	10 ³	<50	<200
Stabilité en émission (%/h)	0.1	0.2	<3	0.5
Vide nécessaire (mbar)	10 ⁻⁵	<10 ⁻⁶	10 ⁻¹⁰	<10 ⁻⁸
Durée de vie (h)	40-150	1000-2000	2000 -10000 ou +	1500-2000
A/M - Stand-by	A/M	Stand-by ou A/M	A/M	Stand-by
Régénération	N	N	toutes les 8-15 h ½-1h d'instabilité	N
Prix (euro)	10-80	1500-3000	2000-3200	2000-3200

Le filament est une source divergente. Il est associé à une lentille électrostatique convergente, le wehnelt, qui forme une image du point d'émission, le cross-over. L'ensemble filament-wehnelt est à la haute tension, par rapport à l'anode accélératrice. Cette haute tension détermine l'énergie du faisceau d'électrons.

Le système optique placé après va faire une image réduite de ce cross-over, et le focaliser sur l'échantillon. Un ou plusieurs condenseurs forment une première image réduite du cross-over, des diaphragmes fixes limitant la dispersion du faisceau. L'objectif reforme une nouvelle image réduite sur l'échantillon (I). Un diaphragme objectif fixe ou à plusieurs ouvertures sélectionne la partie du faisceau proche de l'axe optique (pour minimiser Cs). En relation avec l'émission de la source et le réglage du condenseur, son diamètre détermine le courant maximum que pourra fournir la sonde. Au niveau de l'objectif, les bobines de balayage défléchissent le faisceau et d'autres bobines permettent la compensation de l'astigmatisme. Tout ceci est plus ou moins raffiné, selon les exigences de l'appareil.

Dans le cas du microscope en pression contrôlée ou "environnemental" (ESEM), les diaphragmes jouent aussi le rôle de limiteur de conductance, de manière à permettre un haut vide, voire un ultravide dans le canon et une pression de l'ordre de 10 mbar dans la chambre. Différents étages de pompage, tout au long de la colonne permettent d'établir un gradient de vide, en limitant les hautes pressions au plus court trajet optique.

Pour permettre la haute résolution, une optimisation ultime de tous les éléments de la colonne est nécessaire. Deux idées originales sont à signaler:

- Un concept de colonne sur le principe de l'optique "à l'infini", où le faisceau divergeant à la source (FEG Schottky), est maintenu parallèle dans la colonne et ne converge que sur l'échantillon (colonne Gemini). Il n'y a donc pas de cross-over et on limite ainsi l'interaction Coulombienne des électrons dans le faisceau, et donc l'aberration chromatique. Parallèlement, l'utilisation d'un potentiel retardateur dans l'objectif permet de traiter le faisceau dans la colonne à énergie constante élevée, et de ne fixer l'énergie cinétique que dans les quelques mm avant l'échantillon. Le faisceau est ainsi peu sensible aux perturbations extérieures, et la colonne

très compacte. En l'absence de condenseur, le courant de faisceau est déterminé par la combinaison de diaphragmes et du courant d'extraction de la pointe. Il se règle pas par discrets et non plus en continu.

- Une autre voie consiste à placer l'échantillon immergé dans les pièces polaires objectif, comme en microscopie à transmission, de manière à avoir une distance de travail nulle (objectif "In Lens"). Ceci permet de réduire au minimum les aberrations optiques, mais limite la taille et les mouvements de l'échantillon. Une variante plus répandue est d'utiliser la platine porte-objet et la chambre comme pièce polaire objectif complémentaire (objectif "semi- In Lens"), l'échantillon se trouvant 1 ou 2 mm sous l'objectif, avec un grand débattement en X et Y. Dans les deux cas, l'échantillon est enveloppé dans un champ magnétique, ce qui peut poser des problèmes pour des échantillons magnétiques.

II.4 L'échantillon et sa préparation

L'échantillon va participer activement au processus de formation de l'image. Sa nature chimique et son numéro atomique déterminent le résultat de l'interaction avec le faisceau incident. Mais le microscope impose ses conditions préalables. Les échantillons doivent respecter:

- la compatibilité avec le vide
- la conductibilité électrique
- la tenue au faisceau d'électrons.

II.4.1 Compatibilité avec le vide

Le microscope conventionnel fonctionne sous vide poussé ($<10^{-5}$ mbar), l'échantillon doit supporter ce vide sans se dégrader ni le dégrader. Traditionnellement, les échantillons contenant de l'eau doivent être déshydratés de manière contrôlée (échantillons biologiques - "fixation"), rincés à l'acétone, étuvés (éventuellement sous vide), ou desséchés sous vide (dans un petit évaporateur) (échantillons géologiques, ciments, etc.). La déshydratation n'est pas une opération innocente ; elle peut modifier considérablement l'échantillon. Des échantillons contenant des hydrocarbures doivent

être nettoyés avant observation, pour éviter le noircissement de la zone observée par le cracking de ces hydrocarbures par le faisceau d'électron, et la contamination du microscope.

Le microscope à pression contrôlée permet de contourner cette contrainte, que ce soit pour des échantillons poreux, humides, voire franchement mouillés ou gras. Mais pour un échantillon "mouillé" par un solvant, l'échantillon doit rester à la limite du changement d'état liquide-gaz de ce solvant, ce qui oblige à contrôler pression et température. Pour de l'eau, on se trouve dans un domaine de +2 à +10°C, sous une pression de l'ordre de 10 mbar. Pour des solvants plus volatiles, la température sera plus basse. Il faut donc une platine porte-échantillon à température contrôlée (effet Pelletier). Et il convient de se poser la question si la température a un effet sur ce que l'on observe, particulièrement en biologie. Pour des échantillons gras, il convient de considérer le risque de pollution à long terme de l'appareil. Hors échantillons biologique et pour l'analyse en EDS, l'utilisation de l'hélium comme gaz semble préférable.

II.4.2 Conductibilité électrique

Elle doit être suffisante pour assurer l'écoulement des charges superficielles. Les métaux ne posent en principe pas de problèmes, si ce n'est pas la présence de couches d'oxydation superficielle (cas des alliages légers et notamment à basse tension). Les isolants seront recouverts d'une mince couche conductrice. Selon l'échantillon, l'observation prévue et le type de microscope, les matériaux utilisés sont l'Au, l'alliage Au-Pd, le Pt, le Cr ou l'Ir, déposés généralement par pulvérisation cathodique. Cette technique de dépôt permet un bon contrôle de l'épaisseur (50 à 300Å), l'absence d'ombrage, et pas d'échauffement de l'échantillon pendant le dépôt. Dans le cas de la microanalyse X, on préfère déposer une couche de carbone par évaporation thermique. Mais, si la conduction électrique est suffisante pour l'analyse X, l'image n'est en générale que médiocre. Dans le cas d'échantillons isolants poreux ou de grande surface, il est bon de masquer les parties inutiles avec du papier aluminium et de faire de bonnes liaisons électriques entre cet aluminium, l'échantillon et le porte-échantillon.

En pression contrôlée, il est possible d'observer des isolants sans métallisation, le gaz ionisé déchargeant l'échantillon. Mais la résolution ultime reste limitée.

En haute résolution, un choix judicieux de l'énergie primaire permet d'observer sans métallisation. Si toutefois la métallisation s'impose, elle demande alors des soins particuliers, pour permettre d'observer la surface réelle de l'échantillon, et non pas sa couche de métallisation. On utilise alors le Cr, l'Ir ou de l'Os amorphe. Les évaporateurs sont d'une toute autre complexité (et d'un autre prix) que pour de la microscopie de base.

II.4.3 Tenue au faisceau

L'essentiel de l'énergie du faisceau d'électrons est dissipé en chaleur dans l'échantillon. Il y a donc risque de fusion ou de recristallisation locale selon la tension d'accélération et/ou le courant. Ceci peut modifier, voire détruire l'échantillon, aussi bien que polluer le microscope par du dégazage. Il s'agit donc de trouver les conditions limites de tension et de courant pour chaque échantillon. Les matériaux sensibles sont les polymères, les échantillons biologiques, certaines espèces minérales (zéolites), certains amorphes.

II.4.4 Platine porte-échantillon et chambre

Les microscopes sont munis d'une platine porte échantillon à 5 degrés de liberté : X, Y et Z, une rotation de l'échantillon sur lui-même, et un tilt, basculement de la platine vers les détecteurs. La platine doit rester mécaniquement et thermiquement stable, pour éviter les vibrations ou la dérive de l'image à fort grandissement. Les mouvements sont excentriques, c'est à dire que le point de l'échantillon observé reste net lors de rotation ou de basculement. Il est préférable d'avoir l'excentricité mécanique, quoique la motorisation associée à l'informatique permette une excentricité par logiciel. La motorisation des mouvements permet une mémorisation de positions sur l'échantillon et l'automatisation de certaines observations, en analyse en particulier. Selon la taille de la chambre, les déplacements sont plus ou moins grands, (typiquement au minimum 50x50 mm et 60° de tilt), et déterminent la taille ou le nombre maximum d'échantillons observable sans casser le vide.

La présence d'un SAS d'introduction facilite le changement d'échantillon, permettant de gagner du temps et de maintenir la chambre propre. Pour de petites chambres cela ne s'impose pas. Il est en revanche nécessaire si la chambre est équipée

d'un piège à azote anticontamination ou d'une platine cryo. Il est fortement conseillé en haute résolution, pour maintenir le meilleur vide dans la chambre.

La chambre est en général munie de plus ou moins d'ouvertures pour l'installation d'accessoires, permettant de faire du microscope une chambre d'expérience. Cette configuration doit être déterminée à l'achat, car difficilement modifiable par après.

II.5 Interaction électron-matière

Le faisceau d'électron pénétrant dans l'échantillon (**Figure II.5**) est dispersé par une succession d'interactions élastiques et inélastiques avec les atomes dans un volume enveloppe ayant la forme générale d'une poire. Le point d'impact a la taille du faisceau incident, que l'on peut en première approche considérer comme infiniment petit. Pour un numéro atomique moyen (Fe) et une énergie primaire de 20 keV, la poire a un volume de l'ordre du micron cube, donc très grand par rapport au point d'impact.

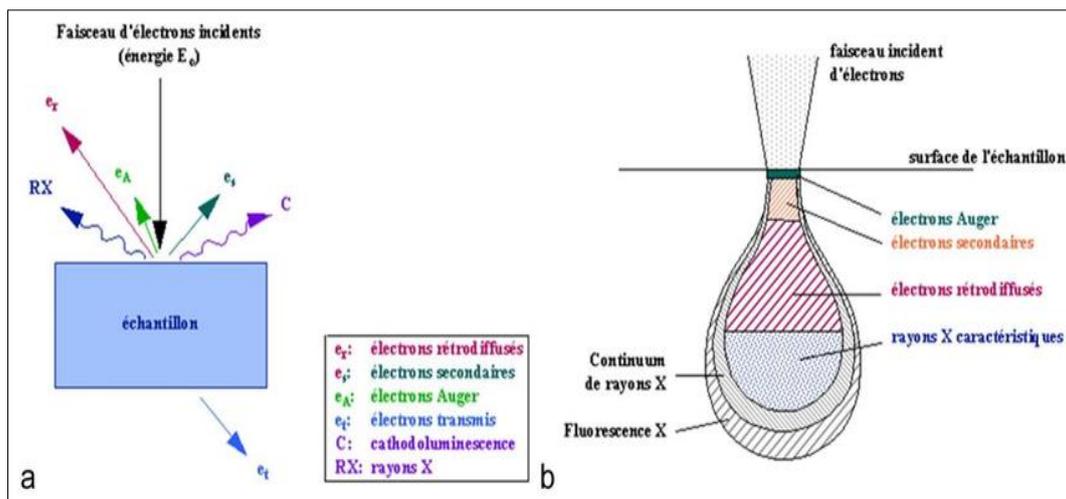


Figure II.5: les différents signaux émis et la forme générale de la poire d'interaction.

Selon la densité et l'énergie primaire, le diamètre moyen de la poire (**Figure II.6**) varie de 0.1 à plusieurs microns.

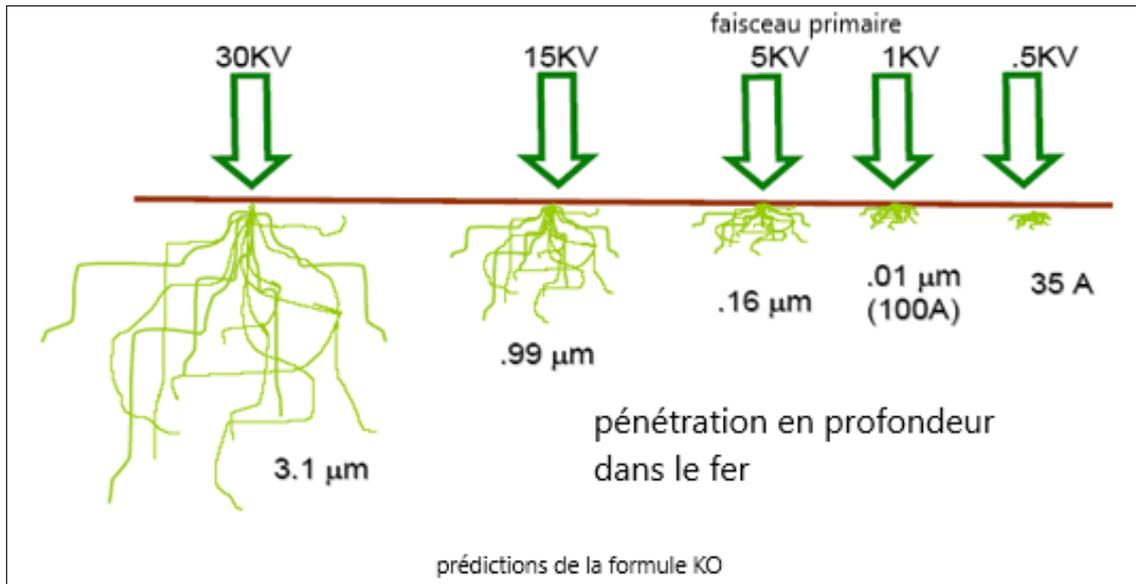


Figure II.6: Le diamètre moyen de la poire calculé selon la formule de Kanaya-Okayama.

Formule de Kanaya-Okayama :

$$R = \frac{0.0276 A E^{1.67}}{Z^{0.89} \rho} \mu\text{m}$$

R= retentasson en profondeur

A= poids atomique (g/mol)

E= énergie du faisceau (KV)

Z= numéro atomique

ρ = masse volumique (g/cm³)

L'image de base du MEB est formée à partir d'un mélange en proportions variables des signaux d'électrons secondaires et rétrodiffusés. On pourra selon le cas discriminer ces deux signaux. Avec des équipements complémentaires, on pourra former des images à partir de la rétrodiffusion cohérente (canalisation, EBSP, métallurgie, semi-conducteur), de la luminescence (minéralogie, céramiques), de la conductivité électrique (EBIC - semi-conducteurs), des rayons X (tous domaines, analytique élémentaire) ou des électrons Auger (analyse de surface).

Les signaux les plus utilisés pour l'imagerie électronique sont:

➤ Les électrons rétrodiffusés (**Figure II.7**) sont des électrons du faisceau incident qui, après plus ou moins d'interactions avec l'échantillon et donc plus ou moins de perte d'énergie, ressortent de l'échantillon. Leur libre parcours moyen est grand, avec une profondeur d'échappement de l'ordre de 100 nm. Le taux de rétrodiffusion est directement croissant avec le numéro atomique de l'échantillon. Un élément lourd donnera donc un signal intense (clair), un élément léger un signal faible (sombre). Avec un détecteur spécifique, sensible uniquement aux électrons rétrodiffusés, il est possible de discriminer deux composés de Z moyen différents de moins d'une unité. L'intensité globale pour un échantillon donné croît avec le courant du faisceau primaire, mais aussi avec l'énergie primaire. La profondeur d'échappement importante (croissante avec l'énergie primaire, décroissante avec Z), entraîne un élargissement important de la zone d'émission par rapport au point d'impact, d'où une résolution latérale médiocre et un manque de détail topographique de surface.

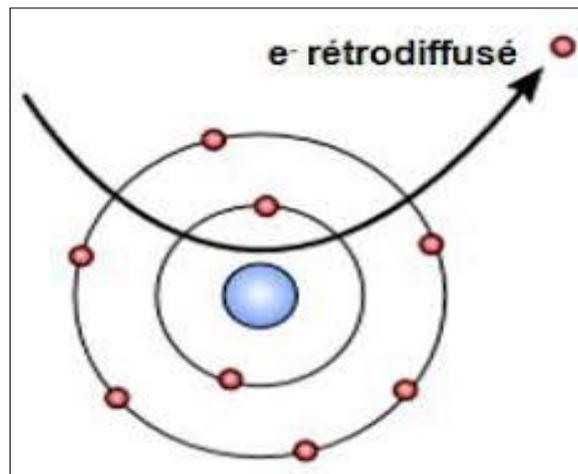


Figure II.7: électrons rétrodiffusés

➤ Les électrons secondaires (**Figure II.8**) sont des électrons appartenant aux atomes de l'échantillon et qui sont éjectés de l'atome suite au transfert de l'énergie de l'électron incident. Ils sont de faible énergie cinétique (<50 eV), avec un maximum d'électrons d'énergie de 5 à 10 eV. Ils ont en conséquence un libre parcours moyen très faible et une profondeur d'échappement de 0.5 à quelques nm. La direction d'émission des électrons secondaires suit une loi en cosinus par rapport à la surface topographique, l'émission étant maximum à la normale. L'angle d'incidence du faisceau primaire n'a pas

d'influence localement sur cette direction, mais en revanche l'intensité globale du signal augmente lorsque l'incidence du faisceau devient rasante à la surface moyenne de l'échantillon. Ceci explique l'habitude de vieux routiers du MEB de toujours tilter l'échantillon de 5 à 10°.

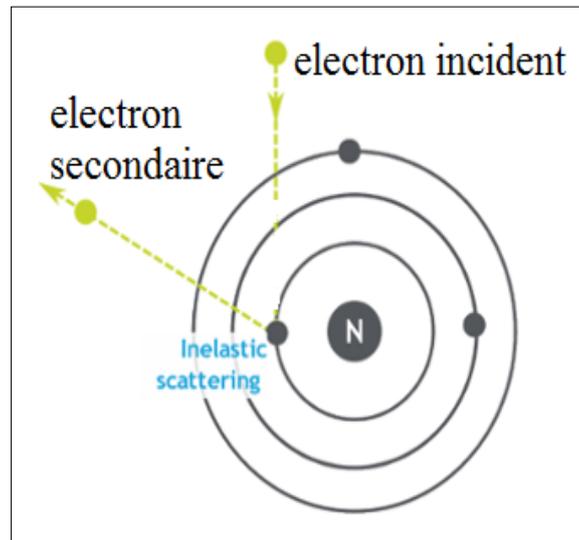


Figure II.8: électrons secondaires

Dans la tranche de surface d'où les électrons secondaires peuvent émerger de l'échantillon, il y a donc simultanément une émission directe intense sous le faisceau primaire (SE1), au point d'impact, et émission "diluée" peu intense, par les rétrodiffusés émergents (SE2) dans une zone plus ou moins grande autour du point d'impact. La conséquence est une perte de résolution, qui se traduit par une perte des détails de surface. Ce qui fait que si l'échantillon est hétérogène en composition, on observera quand même un contraste de numéro atomique visible en électrons secondaires.

Le contraste de l'image conventionnelle provient de:

- l'effet d'inclinaison de la surface par rapport au faisceau incident
- l'effet d'arrêt et de pointe
- l'effet d'ombrage
- l'effet de composition de l'échantillon

Pour une surface inclinée par rapport au faisceau, la surface émissive au point d'impact

de profondeur est bien plus grande qu'à la normale. L'émission secondaire est alors plus intense. S'y ajoute un domaine plus grand où les rétrodiffusés et donc des secondaires SE2 peuvent émerger. Le contraste d'arête combine cette émission de secondaires induits et l'effet d'orientation, et le contraste de pointe y ajoute la transparence de petits volumes aux électrons incidents, jusqu'à des énergies assez basses.

L'effet d'ombrage concerne essentiellement les rétrodiffusés et varie selon la position de l'échantillon par rapport au détecteur, et selon la distance échantillon-objectif (marquée WD sur les images).

Dans une image à relief marqué, avec un détecteur conventionnel, les secondaires donnent un éclairage uniforme du point de vu de la position du détecteur. Les rétrodiffusés vont renforcer l'impression d'éclairage oblique, par un contraste marqué entre les faces orientées vers le détecteur et les faces "à l'ombre". En détection TTL de secondaires purs, ces effets d'ombrage disparaissent, et l'image peut devenir pâle et aplatie, en particulier sur des isolants.

L'effet de composition est particulièrement net en électrons rétrodiffusés mais marque aussi l'image normale par l'émission secondaire induite (RE-SE2). Ceci amène toutefois à parler à tort de contraste de composition en électrons secondaires ; il s'agit là d'une émission indirecte, et pas d'un effet de la composition sur le rendement d'émission secondaire.

Dans le cas d'échantillons cristallins, un contraste supplémentaire peut se rajouter, dû à la canalisation des électrons entre plans cristallographiques. Une surface polycristalline peut montrer avec le détecteur Everhart-Thornley un contraste entre grains orientés différemment, qui change, voire s'inverse, selon l'énergie primaire, et pour de petites variations de la rotation ou du basculement de l'échantillon. Avec un détecteur approprié, on peut observer des diagrammes de canalisation correspondants (ou pseudo-Kikuchi), qui permettent de caractériser les paramètres cristallins, les orientations des grains et la présence de contraintes (EBSD).

II.6 L'acquisition de l'image

Les réglages pour une acquisition d'image sont optimisés à un grandissement double du format de capture. Pendant la capture, à fort grandissement, on veille à ne pas faire vibrer la colonne. La vitesse de balayage du faisceau détermine directement le rapport signal sur bruit de l'image. Pour les réglages, on utilise une vitesse rapide (1-10 image/s), alors que pour la capture de l'image archivée, on choisit une vitesse lente (<1 image/mn). Dans le cas d'échantillons sensibles au faisceau (détérioration, contamination), ou de charge, il est possible de faire l'acquisition en vitesse rapide avec accumulation et moyennage d'image. Un choix judicieux de la vitesse permet de contourner le problème des charges, souvent ingérable en balayage lent.

Sur un microscope analogique, la capture se fait sur film, moyen lourd de par la contrainte du développement, mais qui produit un document de grande qualité, où par agrandissement, on peut extraire des détails qui n'étaient pas forcément visibles à l'écran. Des systèmes de numérisation peuvent être ajoutés à ce type d'appareil. Ils sont soit passifs, remplaçant simplement l'écran photo, soit actifs, prenant la main sur le balayage analogique du microscope. L'image doit contenir les informations de capture (barre d'échelle ou taille du pixel, grandissement original, énergie primaire, distance de travail, détecteur utilisé, appareil, date, etc.).

II.7 Exemples d'images de MEB

- Exemple 1 : Etude de la microstructure, des phases et de la micro-dureté des revêtements métalliques déposés par projection thermique à la flamme [2].

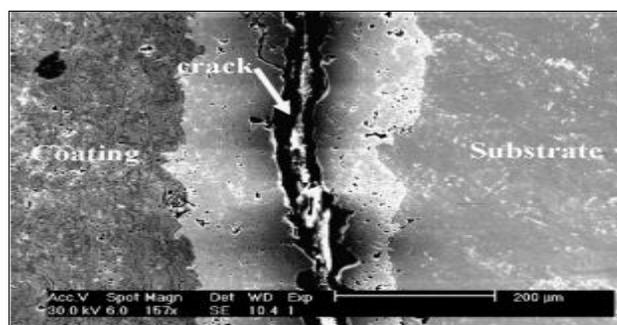


Figure II.9 : Micrographie MEB du composite (35Cr Mo_4)

La micrographie MEB du système composite (substrat $_{35}\text{CrMo}_4$ / couche de liaison Mo / revêtement 100Cr_6) montre une fissure au milieu de la couche de liaison molybdène. Le revêtement est de faible porosité, dense et bien lié au substrat. (**Figure II.9**)

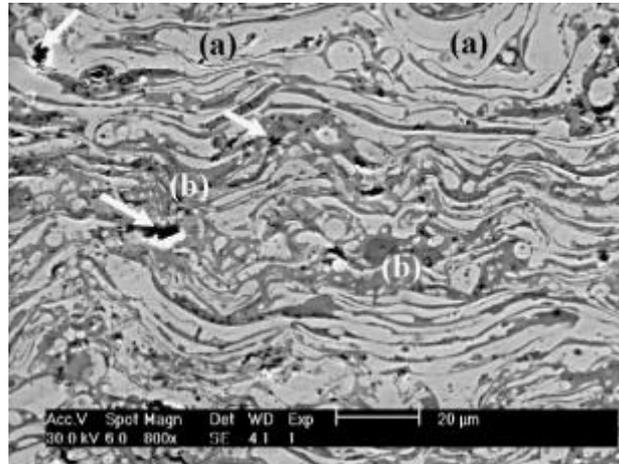


Figure II.10 : Micrographie MEB du revêtement d'acier 100Cr_6 .

Selon la **figure II.10**, qui est une photographie MEB en SE du revêtement en acier 100Cr_6 montre les différentes phases trouvées dans ce dernier :

- (a) indique les projections d'acier.
- (b) indique les couches d'oxyde de fer.
- les flèches indiquent les pores

➤ Exemple 2 : Structure, microstructure et conductivité ionique de la solution solide $[\text{LiTi}_{2x}\text{Sn}_x(\text{PO}_4)_3]$ [3].

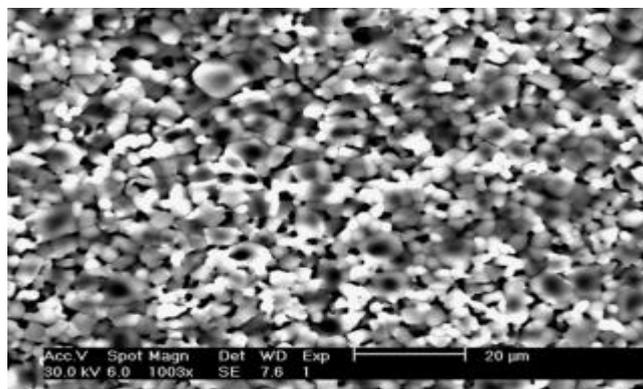


Figure II.11 : Micrographie MEB de $\text{LiTi}_{0.6}\text{Sn}_{1.4}(\text{PO}_4)_3$.

La **figure II.11** montre la présence de porosité (zone noire) dans l'échantillon $\text{LiTi}_{0.6}\text{Sn}_{1.4}(\text{PO}_4)_3$. L'image montre que cet échantillon est plus poreux par rapport à celui de l'exemple 1.

- Exemple 3 : Les techniques de microscopie : application à l'étude des matériaux lignocellulosiques [13].

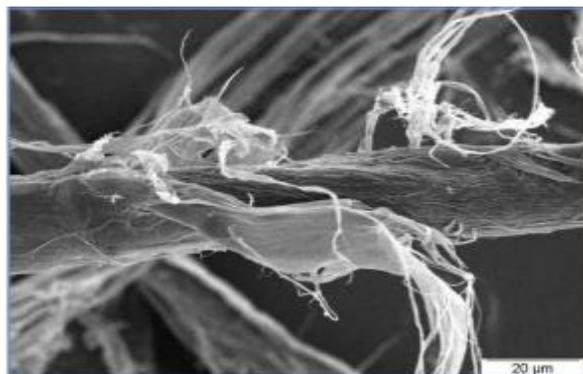


Figure II.12 : Observation au MEB d'une fibre de bois.

L'observation de fibres par le MEB permet de visualiser la fibrillation des fibres ainsi que leur état de surface (la fibrillation permet d'identifier la couche de la paroi présente à la surface de la fibre). (**Figure II.12**)

- Exemple 4 : Images électroniques rétrodiffusées et secondaires de la microscopie électronique à balayage en dentisterie: une nouvelle méthode d'analyse de surface [12]. (**Figure II.13**)

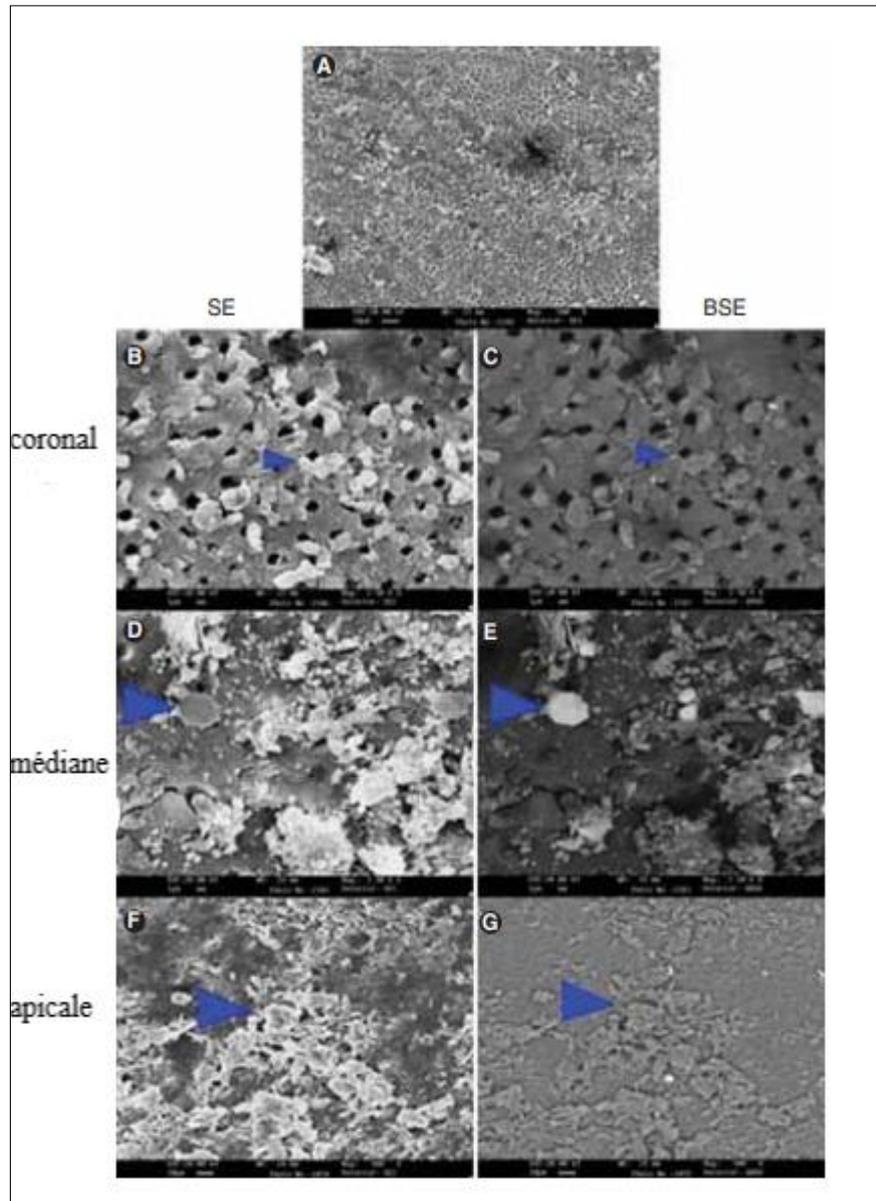


Figure II.13 : La cartographie SE et BSE de la dentine de canal radiculaire est illustrée en (B, C), (D, E) et (F, G) dans les parties coronale, médiane et apicale, indiquant quelques restes de gutta-percha et des copeaux de dentine. Les particules de contraste plus clair indiquent un contraste de composition, confirmant en outre qu'il s'agit de gutta percha et (A) aperçu de la paroi du canal radiculaire.

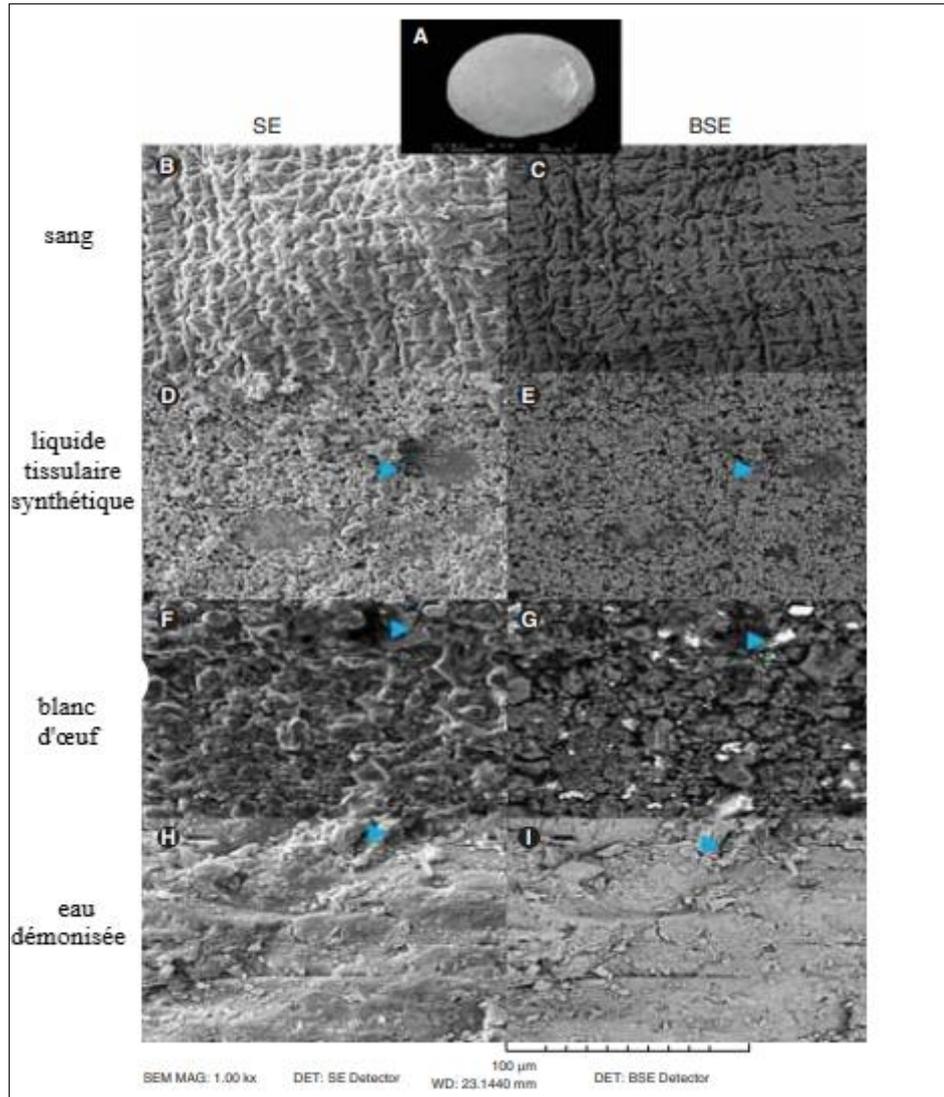


Figure II.14 : La cartographie de SE et de BSE des comprimés de WMTA.

La figure démontrée que (B, C), (D, E), (F, G) et (H, I) dans le sang, le liquide tissulaire synthétique, le blanc d'œuf et l'eau déminéralisée, respectivement. Les taches brillantes peuvent être facilement détectées dans le groupe de fluide tissulaire synthétique et la couverture brillante proéminente (la surface la plus brillante du MTA exposée au sang telle que détectée dans les micrographies de l'BSE, par rapport aux images SE, indiquant que l'échantillon était couvert par de nouvelles molécules d'une nouvelle texture et un numéro atomique plus élevé qu'avant l'exposition au sang) sont détectés dans le sang, mais aucune différence entre les micrographies d'eau déminéralisée et les échantillons à blanc ne peut être observée et (A) aperçu du comprimé WMTA.

Bibliographie

- [1].M. Donald, "The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials," *Nature Materials*, vol. 2, pp. Aug 2003.
- [2].Bradai, Mohand Amokrane, et al. "Study of microstructure, phases and micro-hardness of metallic coatings deposited by flame thermal spray." *Journal of materials processing technology* 200.1-3 (2008): 410-415.
- [3].Bounar, Nedjemeddine et coll. "Structure, microstructure et conductivité ionique de la solution solide $\text{LiTi}_{2-x}\text{Sn}_x(\text{PO}_4)_3$." *Physica B: matière condensée* 407,3 (2012): 403-407.
- [4].Brisset, François. *Microscopie électronique à balayage et microanalyses*. EDP sciences, 2012. (ISBN : 2759803481, 9782759803484).
- [5].Faerber, J. "Microscopie électronique à balayage Microanalyse X par sonde électronique." *Institut de Physique et Chimie de Matériaux de Strasbourg (IPCMS)* (2004).
- [6].Gandais, Madeleine. "Scanning electron microscopy. (Physics of Image Formation and Microanalysis) par Ludwig Reimer (1985)." *Bulletin de Minéralogie* 110.1, 1987.
- [7].Goldstein, Joseph I., et al. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. Springer, 2017. (ISBN : 978-1-4939-6676-9).
- [8].Goldstein, Joseph, ed. *Practical scanning electron microscopy: electron and ion micro probe analysis*. Springer Science & Business Media, 2012. (ISBN : 978-1-4613-4422-3).
- [9].Jornsano, Pijarn. *Informations de volume en microscopie électronique à balayage: application à l'étude de la microstructure des matériaux et de son évolution sous traction*. Diss. Lyon, INSA, 2008.
- [10].Kowoll, Thomas, et al. "Contrast of backscattered electron SEM images of nanoparticles on substrates with complex structure, 2017.
- [11].Paqueton, Henri et Jacky RUSTE. "Microscopie électronique à balayage Principe et équipement." *Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation*, 2006.
- [12].Saghiri, Mohammad Ali, et al. "Back-scattered and secondary electron images of scanning electron microscopy in dentistry: a new method for surface analysis." *Acta Odontologica Scandinavica* 70.6 (2012): 603-609.

- [13].S. Tapin-Lingua. Les techniques de microscopie: application à l'étude des matériaux lignocellulosiques. Informations forêt, Vol. 4 n° 757 (2007)
- [14].Tanaka, Nobuo. Microscopie électronique à balayage en transmission des nanomatériaux. Londres: Imperial College Press, 2015.
- [15].Ul-Hamid, Anwar. Un guide du débutant sur la microscopie électronique à balayage. Springer, 2018.
- [16].Zhou. Weilie, and Zhong Lin Wang, eds. Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications. Springer science & business media, 2007. (ISBN: 978-0-387-39620-0).

*Chapitre III : Microscope
électronique à transmission*

Par rapport au microscope électronique à balayage, le microscope électronique à transmission est en relation à la qualité du faisceau électronique (intensité et énergie) et la préparation de l'échantillon permet d'obtenir des informations qu'aucune autre technique ne peut fournir simultanément: une imagerie (texture et structure), des informations cristallographiques (diffraction électronique) et une composition chimique sur des domaines aussi réduits (1 nm). Le MET a un grand impact dans l'étude de la structure localisée et des perturbations chimiques dans les matériaux comme par exemple les défauts cristallins, les macles, les intercroissances, les joints de grains, la géométrie des grains très fins, les interfaces, les inclusions et les précipités minéraux, les désordres structuraux et chimiques, la non-stœchiométrie, les mécanismes réactionnels, les transformations polymorphique et polytypique. Il existe conceptuellement sous deux formes :

- le MET ou TEM (Transmission Electron Microscope), pour lequel le faisceau incident sur l'échantillon est une onde plane.

-le STEM (pour Scanning Transmission Electron Microscope), qui se rapproche des microscopes optiques confocaux.

III.1 Principe et fonctionnement

III.1.1 Principe

Le microscope électronique à transmission utilise une source de lumière monocinétique, le faisceau d'électrons, large dont la longueur d'onde est très petite ($\lambda = 0,014 \text{ \AA}$ pour une tension accélératrice de 300 kv) traversant des échantillons formés par des couches minces contrairement au MEB. Dans ce type de microscopie des images sont formées avec des électrons directs n'ayant subis aucune interaction avec l'échantillon ou n'ayant subis que des interactions élastiques. Une forte interaction inélastique détériore la qualité des images.

Un faisceau d'électrons extrait d'un filament est accéléré par une forte tension (de l'ordre de 50.000 à 3.000.000 V) au niveau du canon. Des lentilles électromagnétiques sont utilisées pour guider le faisceau d'électrons et lui donner ses caractéristiques (faisceau parallèle pour la caractérisation des défauts de réseau ou faisceau convergent

pour la microanalyse), le faisceau d'électrons est focalisé sur l'échantillon (focalisé par des champs magnétiques de l'ordre du tesla). En traversant l'échantillon et les atomes qui le constituent, le faisceau d'électrons produit différentes sortes de rayonnements (électrons du faisceau peuvent être traités soit comme des particules, soit comme des ondes). En général, seuls les électrons transmis sont alors analysés par le détecteur, qui traduit le signal en image contrastée. Les échantillons doivent être préparés selon un protocole précis, qui doit à la fois conserver leurs structures et être conducteurs pour laisser passer le faisceau d'électrons.

III.1.2 Interaction électron matière

Lors d'une expérience de microscopie électronique à transmission, des électrons rapides, typiquement de l'ordre de 10 à 200 keV, c'est-à-dire environ la moitié de la vitesse de la lumière, sont envoyés sur l'échantillon d'intérêt. L'interaction entre les électrons et l'échantillon produit un rayonnement transcrit en image visualisable sur un écran. L'image optique obtenue est en noir et blanc et présente différents contrastes dépendants de la quantité d'électrons ayant traversés l'échantillon.

Un schéma de principe d'interaction simplifié est reporté sur la **figure III.1**.

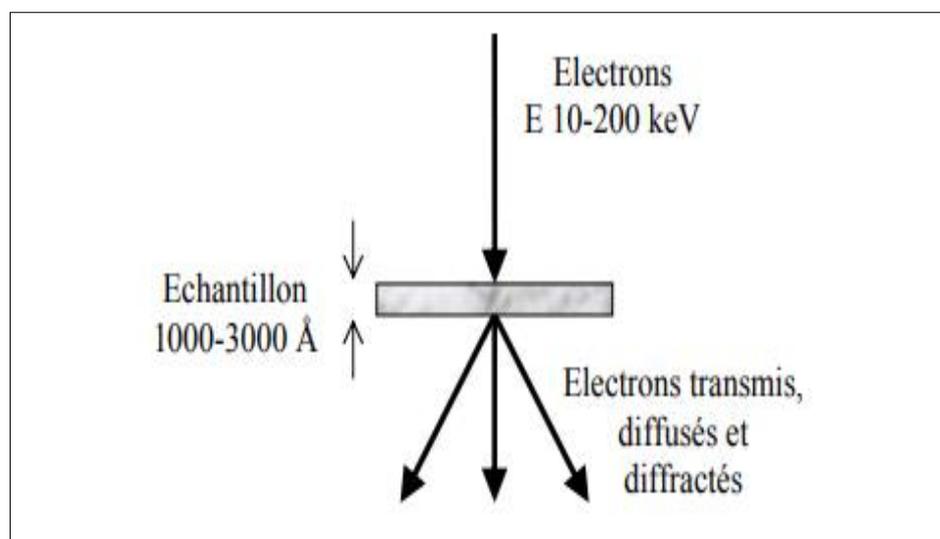


Figure III.1: Schéma simplifié d'interaction é-matière dans un MET.

Sous l'impact des électrons primaires sur la matière il y a émission de différents signaux. On distingue ceux traversant l'échantillon utilisés au MET :

- électrons transmis élastiquement (image en champ clair).
- électrons diffractés (champ sombre, cliché de diffraction).
- électrons diffusés inélastique.

III.1.2.1. Interaction élastique

L'interaction est dite élastique lorsque les électrons incidents conservent leur énergie initiale, mais pas leur direction d'incidence, les protons du noyau : étant donnée la masse du noyau dans lequel sont fondus les protons, il y a très peu de transfert d'énergie.

III.1.2.2 Interaction inélastique

Les électrons incidents ont une certaine probabilité d'arracher l'électron-cible de son niveau énergétique, lui cédant ainsi une quantité d'énergie caractéristique de la transition de l'électron-cible ; ces interactions sont dites inélastiques.

Ces deux interactions sont simplifiées dans la **figure III.2**.

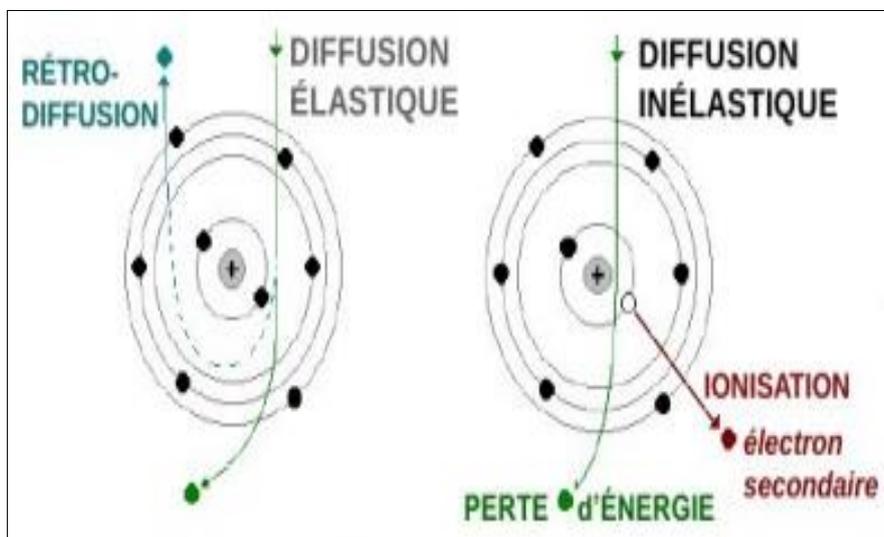


Figure III.2: Interaction élastique et inélastique

III.1.2.3 Diffraction électronique

Si on considère le faisceau sous son aspect ondulatoire, on peut considérer que l'onde électronique incidente est diffractée par la matière (**figure III.3**). Dans un objet périodique, toutes les directions de propagation ne sont pas possibles pour les électrons

défléchis par les interactions avec la matière : il n'y aura interférence constructive que pour les faisceaux dont le chemin optique diffère par un nombre entier de longueurs d'onde λ . C'est la fameuse loi de Bragg, qu'exprime l'équation suivante :

$$n\lambda = 2d \cdot \sin \theta$$

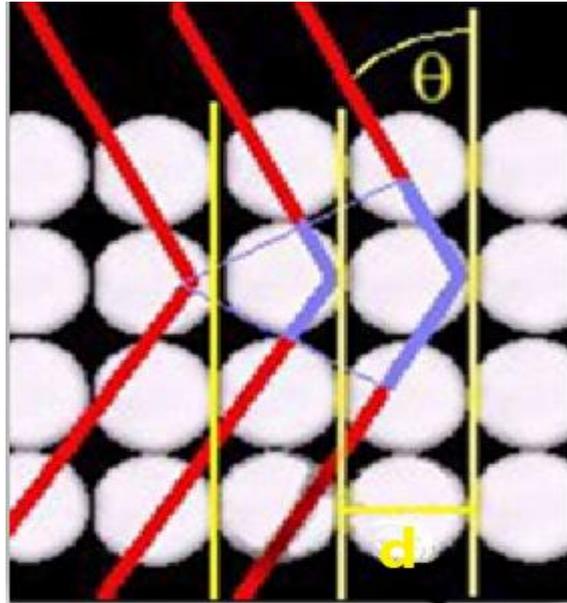


Figure III.3 : Interaction de diffraction électronique.

III.1.3 Fonctionnement simplifié

Un faisceau d'électrons produit et émis dans un canon passe par une série de lentilles condenseurs, dont le rôle est de pouvoir régler la taille et l'angle d'incidence du faisceau. Ce dernier atteint alors l'objet, dont une première image est produite par la lentille objectif. Cette dernière est l'élément le plus important (la résolution de l'image dépend de sa qualité).

Après la traversée de la lentille objectif, la lentille intermédiaire va soit former une deuxième image ou une image du cliché de diffraction.

Finalement, les lentilles projecteurs vont agrandir l'image ou le cliché de diffraction formé et le projeter sur le détecteur, qui peut être un écran fluorescent, une plaque photo ou plus communément un scintillateur couplé à une caméra CCD. Le fonctionnement d'un MET est schématisé sur La **Figure III.4**.

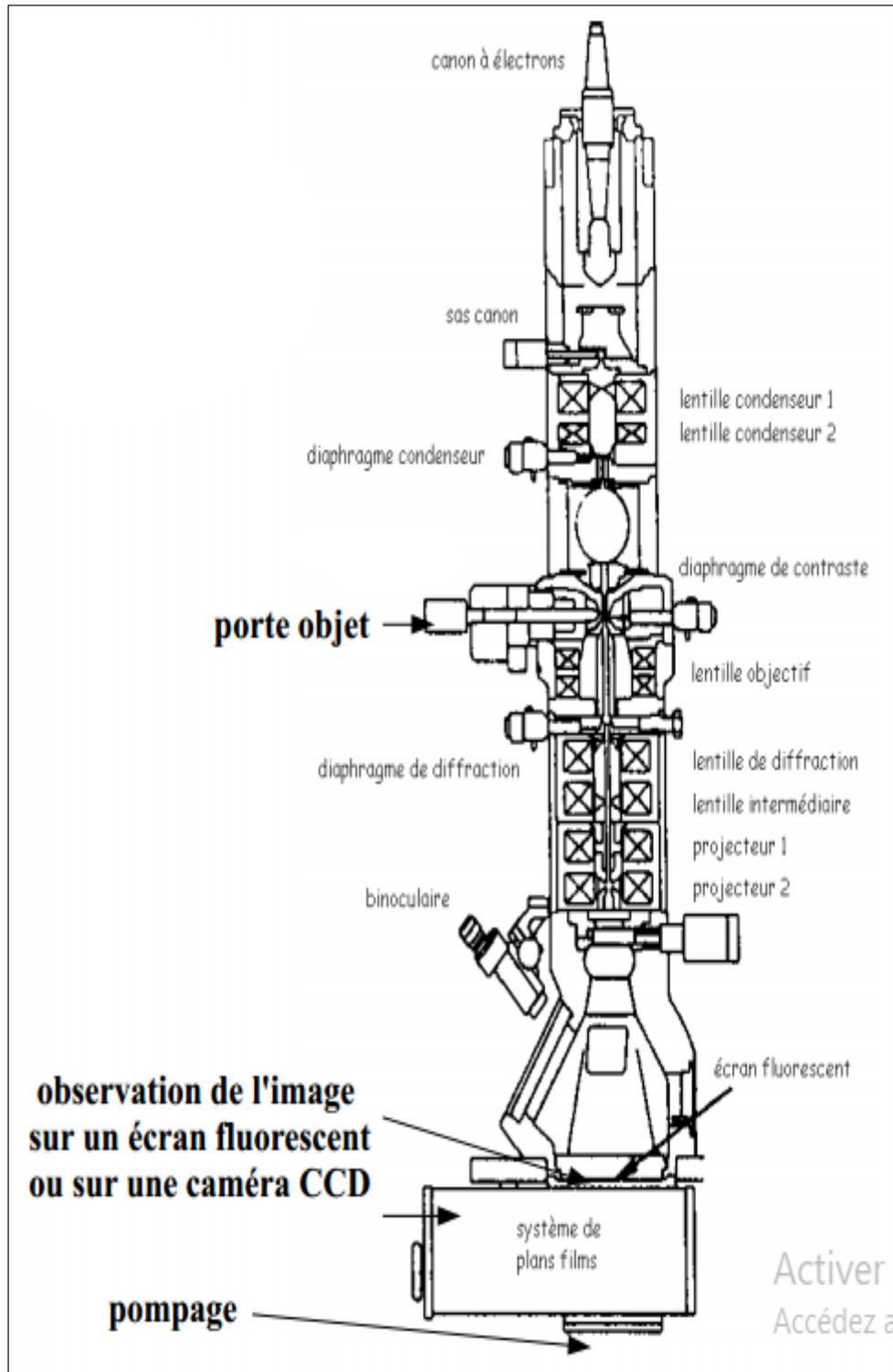


Figure III.4 : Schéma d'un microscope électronique à transmission.

Le microscope électronique en transmission a deux principaux modes de fonctionnement.

III.1.3.1 Mode image :

Le faisceau électronique interagit avec l'échantillon suivant l'épaisseur, la densité ou la nature chimique de celui-ci, ce qui conduit à la formation d'une image. Dont le plan objet de la lentille intermédiaire coïncide avec le plan image de la lentille objectif. En plaçant le détecteur dans le plan image, on peut observer l'image par transparence de la zone observée. Les images sont obtenues en champ clair (faisceau parallèle). Comme le montre la **figure III.5**.

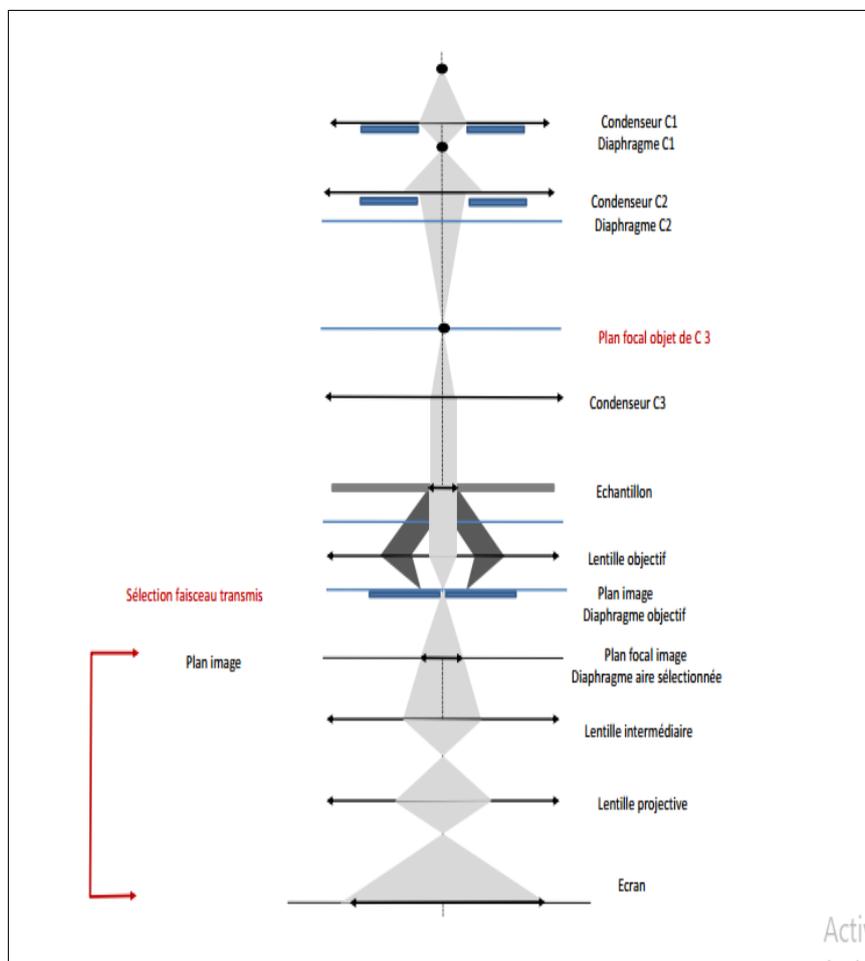


Figure III.5 : Image en champ clair (faisceau parallèle).

III.1.3.2 Mode diffraction

Ce mode exploite le comportement ondulatoire des électrons. Lorsque le faisceau traverse un échantillon cristallisé, si le plan objet de la lentille intermédiaire coïncide avec le plan focal de la lentille objectif schématisé sur la **figure III.6**. Le faisceau est diffracté (en champ sombre ou en cliché de diffraction) : son intensité est répartie sur quelques faisceaux émis dans des directions bien distinctes (directions d'interférence constructive). La recombinaison de ceux-ci permet de former l'image, grâce aux lentilles magnétiques.

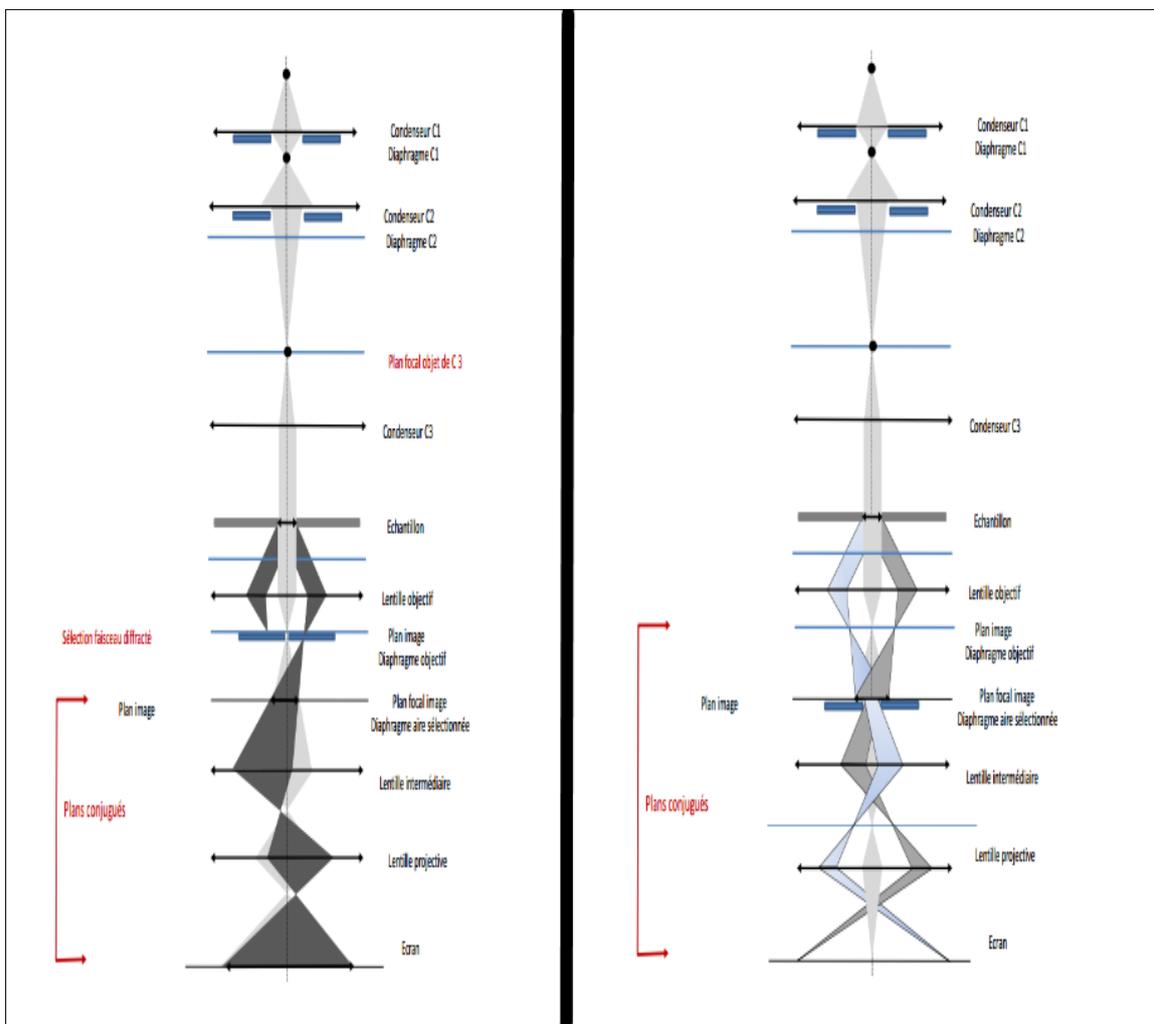


Figure III.6.1 : Faisceau diffracté

Figure III.6.2 : Cliché de diffraction.

en champ sombre.

Figure III.6 : Mode diffraction du faisceau électronique.

III.1.4 Formation de l'image

On réduit l'étude du système optique à la lentille la plus proche de l'échantillon, ou lentille objectif (distance focale de l'ordre du millimètre ou moins).

En effet, c'est la lentille objectif qui assure :

- ❖ L'interaction du faisceau avec l'échantillon.
- ❖ La formation de la première image agrandie de l'objet.
- ❖ Déterminer la qualité (essentiellement : la résolution) des images.

Sur le schéma ci-dessous sont tracés, partant de trois points de l'échantillon, des rayons se propageant selon trois directions différentes.

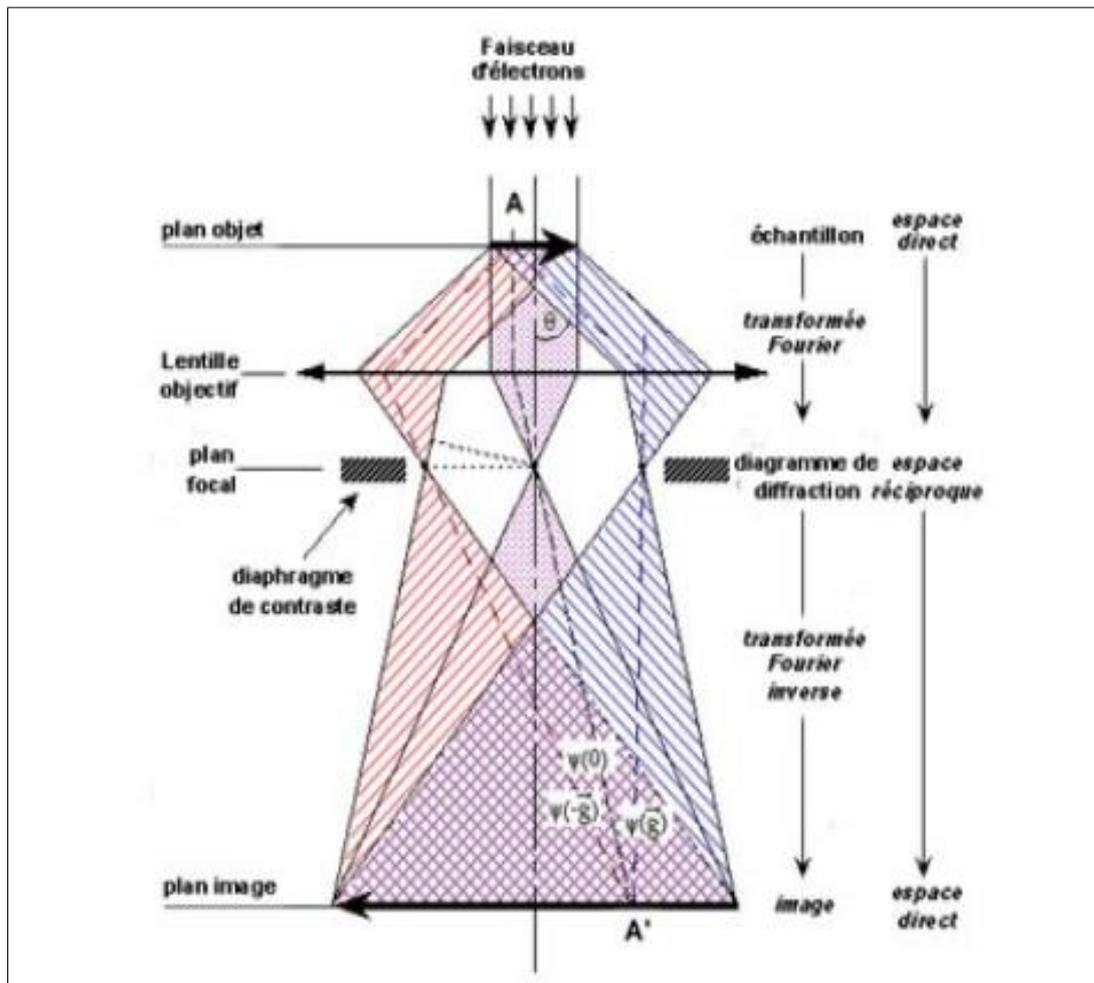


Figure III.7: Schéma partiel du microscope électronique en transmission, illustrant les modes image et diffraction.

Par définition du plan focal de la lentille, les rayons s'y rassemblent en fonction de leur direction de propagation initiale. Ils forment alors une figure de diffraction, caractéristique des propriétés géométriques du matériau, notamment de sa périodicité.

À partir du plan focal, la propagation des rayons les recombine en fonction de leur origine géométrique au niveau de l'objet, et l'image se forme alors dans un plan dont la position est déterminée par l'optique géométrique, en fonction du grandissement. Ce dernier est généralement fixe pour la lentille objectif (environ $\times 50$), les lentilles inférieures permettant d'imager :

- ❖ soit le plan image de la lentille objectif pour le mode image.
- ❖ soit le plan focal image de la lentille objectif pour le mode diffraction.

III.2 Instrumentation

Un microscope électronique à transmission, similaire à un microscope optique à transmission, comporte les composants suivants le long de son chemin optique: source de lumière, lentille à condensateur, platine à échantillon, lentille d'objectif et lentille de projecteur, comme illustré à la **figure III.8**.

Les principales différences sont :

- Le rayon de lumière visible est remplacé par un rayon d'électrons.
- Les lentilles en verre pour la lumière visible sont remplacées par une lentille électromagnétique pour le faisceau d'électrons.

Le MET a plus de lentilles (la lentille intermédiaire) et plus d'ouvertures (y compris l'ouverture de la zone sélectionnée). Il contient d'autres caractéristiques découlant de l'utilisation d'électrons comme éclairage. Par exemple, un aspirateur d'environnement est requis dans un MET car les collisions entre les électrons de haute énergie et l'air les molécules absorbent de manière significative l'énergie électronique.

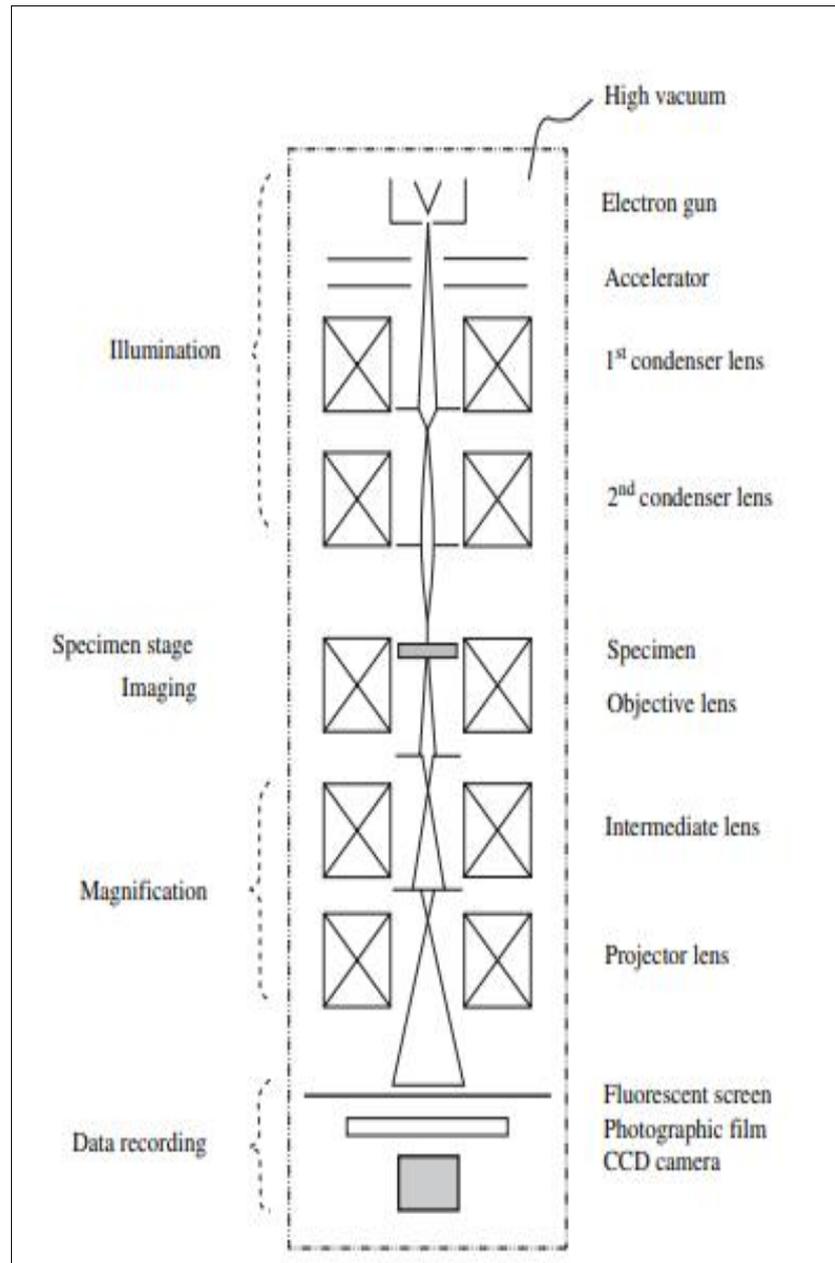


Figure III.8 : Structure d'un microscope électronique à transmission et du chemin optique.

III.2. 1 Le canon à électrons

Le faisceau d'électrons est produit au moyen d'un canon à électrons. La stabilité et la brillance ont une importance particulière dans la qualité des mesures effectuées. Le canon doit extraire les électrons d'un matériau puis les accélérer. Les électrons sont produits par 3 sources: (W, LaB₆, et FEG (détaillé dans la chapitre II)) :

- par une cathode chaude à effet thermoïonique d'un chauffage d'un :
 - ❖ filament de tungstène (W).
 - ❖ d'un cristal d'hexaborure de lanthane (LaB_6 , lanthanumhexaboride ou "lab. six").
- par une cathode froide à émission de champ (canon FEG, Field Emission Gun).

L'émission des électrons est limitée par la présence d'une résistance entre le filament et le wehnelt (le wehnelt un cylindre autour de la pointe, il est à un potentiel légèrement négatif (qq 10 KV) pour focaliser les électrons). Les différentes valeurs de cette résistance déterminent le courant de saturation (valeurs Bias au microscope). Les électrons une fois émis sont accélérés par la différence de potentiel imposée par le microscope (200 KeV au maximum).

III.2.2 Les lentilles

Le MET se constitue de plusieurs lentilles électromagnétiques permettant de focaliser les électrons. Ces dernières se situent le long de la colonne du microscope. Elles ont toutes des fonctions particulières suivant leur position dans la colonne et chacune est composée de deux pièces polaires, l'une supérieure l'autre inférieure, qui sont parcourues par un courant. C'est la variation du courant qui permettra de faire varier l'afocale de chaque lentille et donc leur agrandissement.

Ces lentilles peuvent être alimentées par des courants de plusieurs ampères et nécessitent donc d'être refroidies. Ce refroidissement est également indispensable pour la stabilité de l'appareil et la qualité des images.

III.2.2.1 Les condenseurs

Des lentilles électromagnétiques condenseur permettent de former la sonde électronique (convergente ou parallèle) à partir des électrons émis par la source. Un condenseur sert à régler la taille de la source et donc la taille de sonde que l'on veut utiliser. Il comporte un diaphragme fixe qui est situé en dessous du wehnelt. Tandis qu'un deuxième condenseur sert à éclairer l'objet en faisceau convergent (sous focalisation) ou en faisceau divergent (surfocalisation) de part et d'autre de la focalisation (cross-over).

III.2.2.2 La lentille objectif

La plus proche de l'échantillon à une distance focale de l'ordre du mm. La résolution en dépend. C'est l'objectif qui va former l'image de l'objet dans son plan de Gauss et le diaphragme de diffraction dans le plan focal image. L'objet est situé au-delà de son plan focal objet. Le plan focal reflète le réseau réciproque sur la structure. On se retrouve souvent avec des aberrations optiques de la colonne (essentiellement celles de la lentille objectif) qui limitent cette résolution :

➤ La défocalisation :

Elle correspond à un mauvais positionnement de l'objet par rapport au plan objet de la lentille objectif.

➤ L'astigmatisme :

Représente la différence de focalisation pour les rayons voyageant dans des plans différents : un point dans l'objet devient ainsi un trait dans l'image

➤ Les aberrations sphériques :

Se sont des modifications du point de focalisation suivant l'endroit et l'angle avec lequel les électrons entrent dans la lentille.

III.2.2.3 Les lentilles d'agrandissement

Les lentilles d'agrandissement sont constituées de la lentille de diffraction, la lentille intermédiaire et les deux lentilles projecteurs (qui vont fixer le mode de travail de l'appareil, soit en mode image ou en mode diffraction). Elles vont se comporter comme l'équivalent d'une lentille d'agrandissement qui va permettre d'obtenir soit une image agrandie de l'objet soit une image agrandie de son diagramme de diffraction.

III.2.3 Système de vide

Les électrons se déplacent, dans le vide. Pour permettre cela, le microscope est donc équipé d'un système de vide (Pompe à vide, jauges, électrovannes). Il existe de nombreuses raisons pour lesquelles un bon vide doit régner à l'intérieur de la colonne. Avant tout, l'isolation électrique de l'accélérateur, la conservation du filament chauffé à

haute température pour émettre un faisceau intense, la préservation de l'échantillon contre l'oxydation, etc...

Un protocole de sécurité protège systématiquement les parties fragiles (et onéreuses) du microscope en cas de panne d'un des composants de refroidissement ou de pompage.

III.3 Le contraste en MET

Le contraste d'une image de MET peut être délicat à interpréter. Dans des lames minces, il ne provient pas de l'absorption qui serait une fonction de l'épaisseur plus ou moins importante de la zone étudiée. Pour interpréter le contraste observé, il faut calculer son intensité sur la face de sortie de l'échantillon, c'est-à-dire calculer l'interaction du faisceau incident avec les différents atomes à l'intérieur de la colonne de lame mince traversée par le faisceau électronique.

Dans les images en MET l'intensité est d'autant plus grande plus la partie est blanche.

III.4 Haute résolution et diffraction

La fonction première d'un MET est d'apporter une information structurale sur une zone donnée d'un échantillon donné. Il est aisé de former des images et des clichés de diffraction d'une zone donnée dans un MET, pour des images de basses résolutions (supérieures à la dizaine de nm). Pour obtenir des meilleures résolutions l'échantillon doit être suffisamment mince, et n'induit qu'un déphasage (pas de modification de l'amplitude).

Récapitulons, en caricaturant, les avantages et limites de la diffraction et la haute résolution :

- La diffraction :
- Accès à la structure moyenne de méso et de nanostructures individuelles
- Pas de limite de résolution sur la détermination de distances atomiques
- Pas d'informations locales (défauts)

- La haute résolution :
 - Accès à la structure moyenne de méso et de nanostructures individuelles
 - Limite de résolution sur la détermination de distances atomiques
 - Accès aux informations locales (défauts...) : attention, simulations requises
- Cas de diffraction par un cristal

Le cristal est constitué de matière diffusante répartie périodiquement dans l'espace. Le cristal peut être décrit à partir de son réseau cristallin et de son motif.

III.5 Préparation de l'échantillon

Il existe plusieurs méthodes de préparation des échantillons pour l'observation du MET et elles sont généralement bien décrites dans la littérature. Le procédé utilisé ne doit pas modifier les propriétés de l'échantillon il doit seulement amincir l'échantillon pour assurer l'observation.

Exemple de préparation de l'échantillon :

L'échantillon est d'abord découpé puis collé bord à bord. Ainsi, deux interfaces se retrouvent sur le dessus de l'échantillon. Celui-ci est ensuite aminci, d'abord mécaniquement puis par abrasion ionique. L'amincissement mécanique consiste à utiliser du papier de verre de taille de grains décroissante puis éventuellement une solution abrasive en suspension. La procédure d'amincissement mécanique dépend principalement de la nature de l'échantillon étudié, de matériel disponible, des aptitudes de l'utilisateur et du temps disponible pour cette préparation. L'abrasion ionique est la phase finale d'amincissement. Elle consiste à utiliser un faisceau d'ions incliné par rapport à la surface de l'échantillon afin de le creuser en biseau. Le type d'ion utilisé, l'énergie des ions et l'angle d'attaque dépendent là aussi de l'échantillon à amincir. La **figure III.9** représente l'échantillon préparé pour observation au MET avec une plage d'observation d'épaisseur comprise entre 1000 et 3000 Å de surface maximale. Certaines observations sont réalisées sur des échantillons préparés uniquement par amincissement mécanique en biseau.

Dépendamment de la forme sous laquelle se présente l'échantillon, une grille adéquate est utilisée comme support. Ces grilles ont habituellement un diamètre de 3 mm et sont disponibles dans plusieurs matériaux tels que le cuivre, le nickel, l'or, le molybdène, l'acier inoxydable...plusieurs autres paramètres peuvent être déterminés, les ouvertures par exemple peuvent être plus ou moins grandes et prendre des formes variées, différentes enduits peuvent être ajoutés sur la grille pour un meilleur support et une meilleure conductivité électrique (carbone, formvar...).

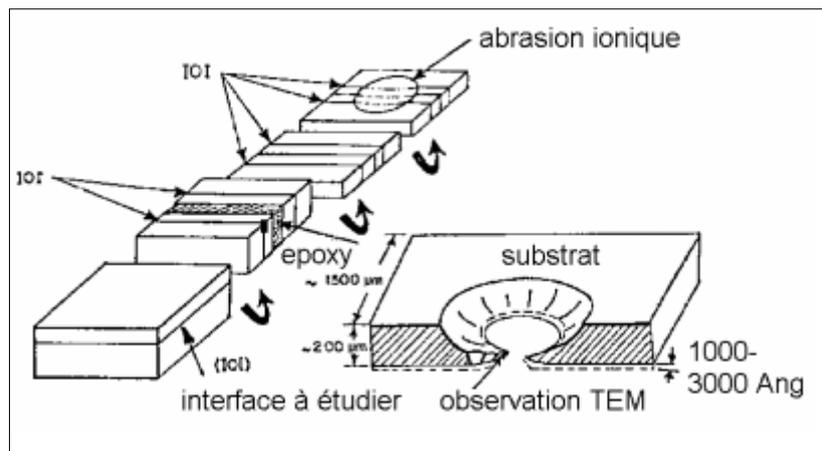


Figure III.9 : Préparation d'un échantillon pour analyse MET.

III.6 Exemples d'images obtenues par le MET : [2]

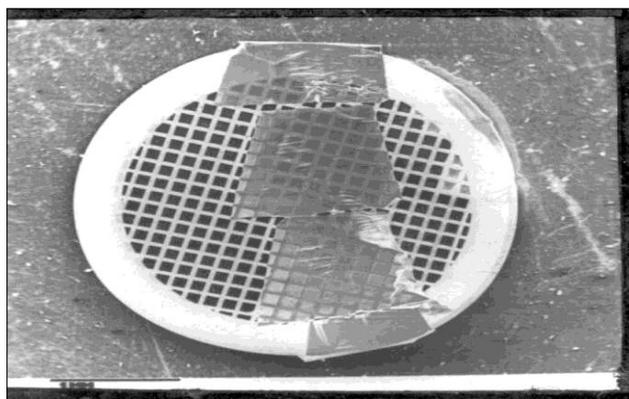


Figure III.10 : Image du porte échantillon (grille).

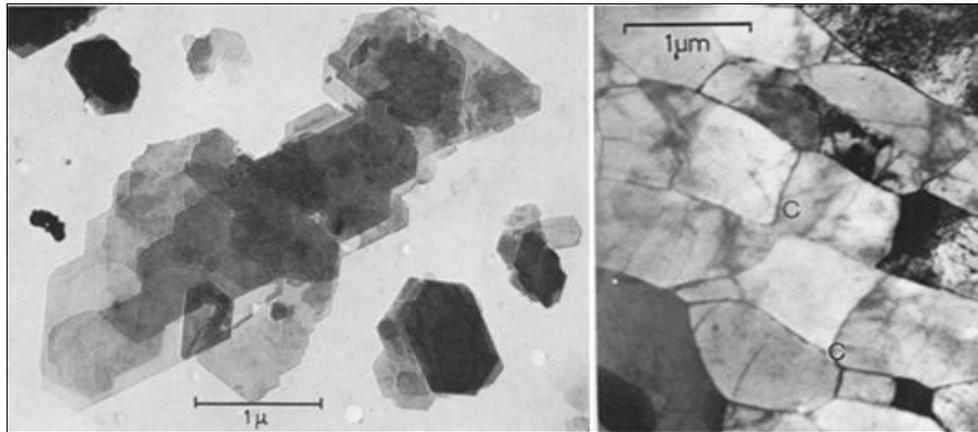


Figure III.11 : Image moyenne résolution montrant en particulier la texture.

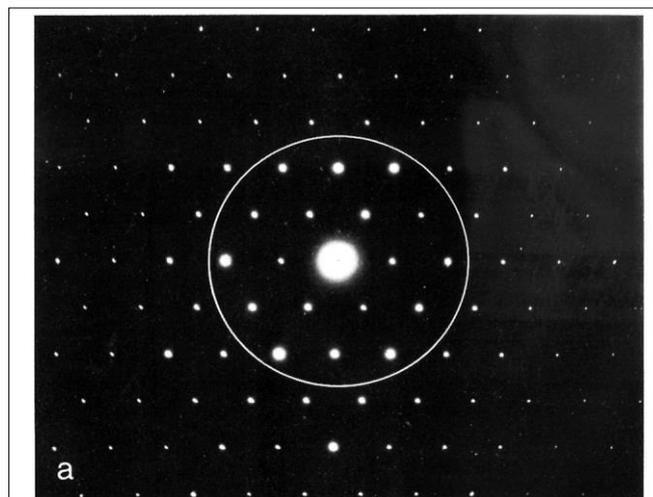


Figure III.12 : Image de diffraction monocristalline.

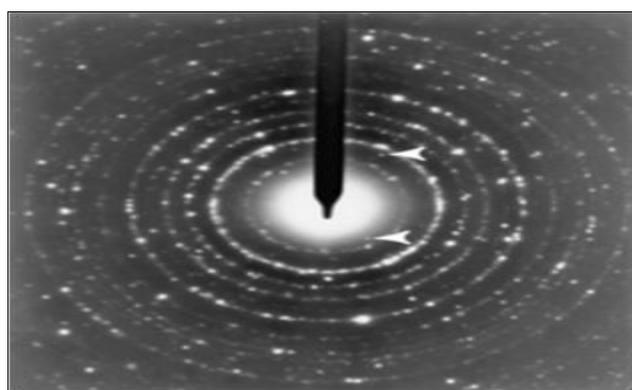


Figure III.13 : Image de diffraction poly-cristalline.

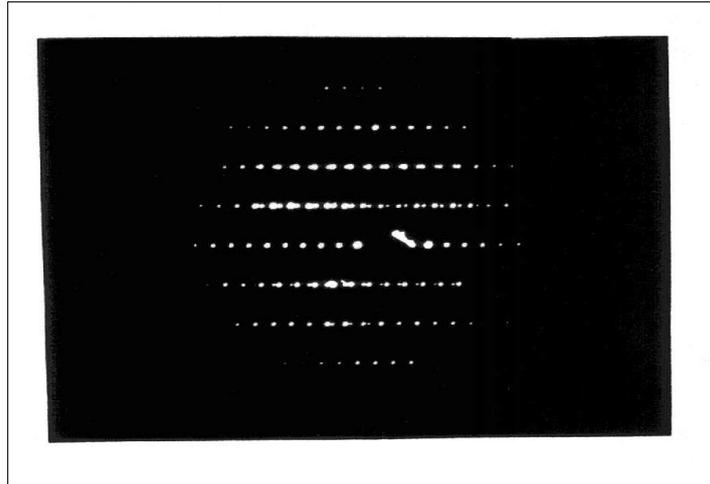


Figure III.14 : Image de diffraction d'un cristal maclé.

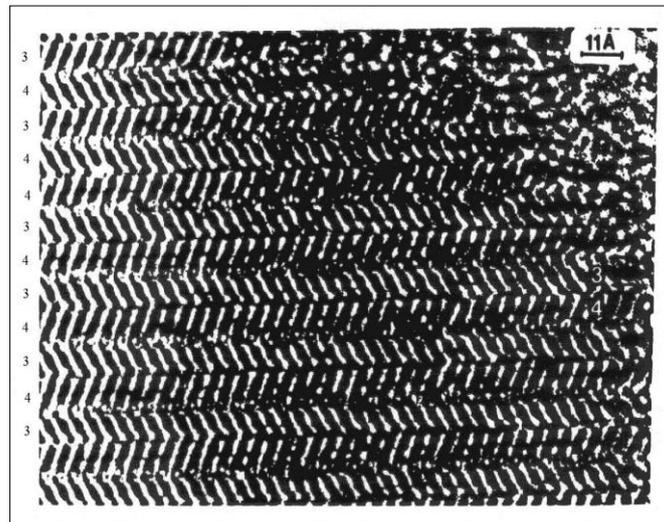


Figure III.15 : Image haute résolution du même cristal maclé dans la figure III.14.

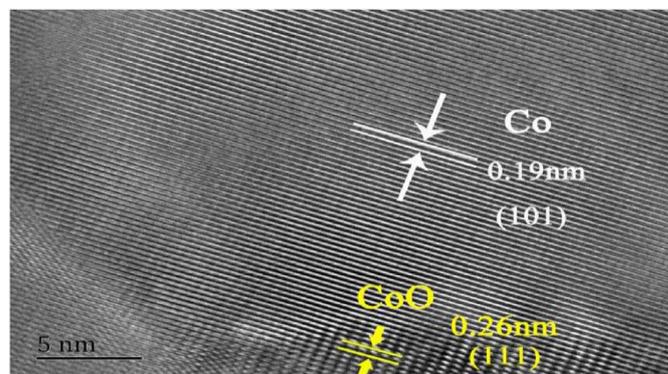


Figure III.16 : Image haute résolution d'un cristal Co partiellement oxydé.

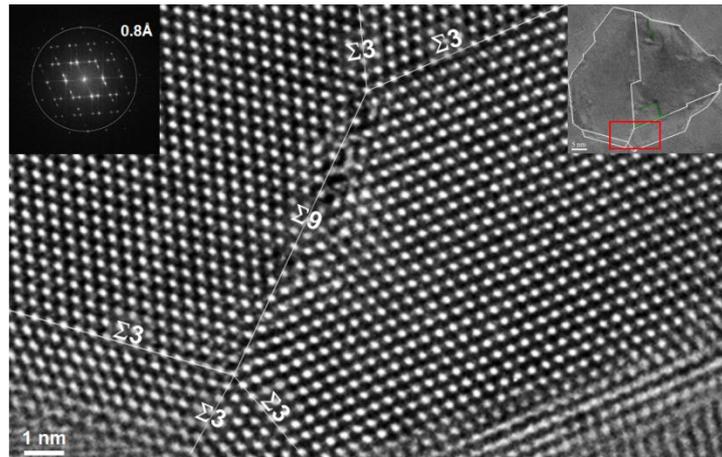


Figure III.17 : Image très haute résolution d'un métal avec des parois de phases moyenne résolution.

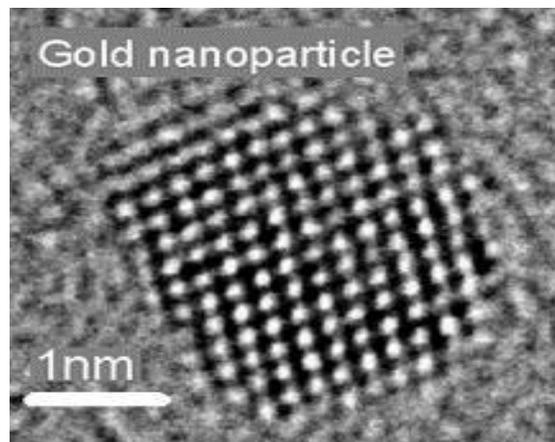


Figure III.18 : Image haute résolution de nanoparticule d'or.

Bibliographie

- [1]. Atomic World - Transmission electron microscope - Principle of TEM. 2015. (ISBN: 978-1-6817-4120-8).
- [2]. Benabbas, Abderrahim. Bronzes phosphates de niobium: structures et propriétés physiques. Diss. Caen, 1993.
- [3]. Fiawoo, Marie-Faith. Étude par microscopie électronique en transmission de la germination et de la croissance des nanotubes de carbone synthétisés à moyenne température, 2009.
- [4]. Fultz, Brent, and James M. Howe. Transmission electron microscopy and diffractometry of materials. Springer Science & Business Media, 2007. (ISBN : 978-3-642-29761-8).
- [5]. Joreau, Pascal. Etude par microscopie électronique en transmission analytique du métamorphisme de choc dans le quartz et les chondrites ordinaires, 1996.
- [6]. Leppard, Gary G. "Nanoparticules dans l'environnement révélées par microscopie électronique à transmission: détection, caractérisation et activités." *Current Nanoscience* 4.3 (2008): 278-301.
- [7]. Martin, Joannie. "Optimisation des paramètres expérimentaux pour l'analyse des fibres d'amiante par microscopie électronique en transmission." (2017).
- [8]. Masseboeuf, Aurélien. Microscopie Électronique en Transmission pour l'étude de phénomènes magnétiques à l'échelle du nanomètre. France, 2008.
- [9]. Mayence, Arnaud. Design and characterization of nanoparticles and their assemblies: Transmission electron microscopy investigations from atomic to mesoscopic lengths scales. Diss. Department of Materials and Environmental Chemistry (MMK), Stockholm University, 2016.
- [10]. Reimer, Ludwig. Transmission electron microscopy: physics of image formation and microanalysis. Vol. 36. Springer, 2013. (ISBN: 978-3-662-13553-2).
- [11]. Tanaka, Nobuo. Microscopie électronique à balayage en transmission des nanomatériaux. Londres: Imperial College Press, 2015.
- [12]. Williams, David B., and C. Barry Carter. "The transmission electron microscope." *Transmission electron microscopy*. Springer, Boston, MA, 1996. (ISBN : 978-0-387-76501-3).

Conclusion générale

L'observation du monde microscopique est aussi importante que l'osculation des systèmes macroscopiques comme les planètes, les étoiles et les galaxies. Pendant des siècles, les scientifiques ont utilisé des microscopes optiques pour réaliser des avancés dans les divers domaines comme la physique, la chimie et la biologie. Ces instruments sont basés essentiellement sur des sources de lumières naturelles ou artificielles et un jeu de lentilles en verre. Nous avons exposé dans ce manuscrit les limites rencontrées par cette microscopie en agrandissement et en résolution, causées par le phénomène de diffraction en relation aux valeurs des longueurs d'ondes du domaine visible. Nous avons relaté l'idée originale avancée en 1923 par De Broglie sur la dualité Onde-corpuscule étendue aux particules matérielles comme l'électron, ce qui a permis à l'humanité de faire un pas géant dans l'étude de l'infiniment petit. Les chercheurs ont mis au point des sources contrôlées d'électrons et un jeu de lentilles sous formes d'électro-aimants. Deux versions de microscopes ont été inventées, par balayage et par transmission. Les différents rayonnements issus de l'interaction électron-matière analysés par des détecteurs adéquats ont permis de faire ressortir un lot d'informations sur les matériaux jusqu'à des échelles atomiques (Angstrom) autant pour la texture avec des contrastes topographiques ou chimiques que pour la composition chimique et la structure cristalline. Ces analyses ont révélé les moindres détails reliés à ces types d'informations. Tout cela fait des microscopies électroniques les méthodes d'analyses les plus puissantes dans la science en général et dans la science des matériaux en particulier; ce qui aidera certainement les chercheurs à relever le défi de problèmes que rencontre l'humanité dans beaucoup de domaines.

Résumé

Chaque instrument d'analyse nous apporte de nouvelles images qu'il faut apprendre à lire, nous dévoile des phénomènes inconnus qu'il faut comprendre et provoque une autre connaissance du monde.

L'objectif de cette étude est de donner un aperçu de deux techniques d'analyse que l'on peut amener à utiliser dans le domaine de la microélectronique. La microscopie optique est la plus ancienne technique utilisée pour la visualisation des matériaux sauf qu'elle est limitée, aujourd'hui il existe plusieurs variantes : le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope électronique à transmission (MET). Le MEB donne une image en 3D de la surface extérieure, construite par une partie des électrons réfléchis par cette surface. Il donne ainsi des informations sur la topographie de l'échantillon. Dans le cas du MET, l'objet à observer est traversé par un rayonnement. On n'utilise plus la lumière mais un faisceau d'électrons qui sera plus au moins transmis par l'échantillon, comme c'est le cas pour la lumière dans le microscope optique.

Abstract

Each analytical instrument brings us new images that we must learn to read, reveals unknown phenomena that we must understand and provokes a new knowledge of the world.

The objective of this study is to give an overview of two analytical techniques that can be brought used in the field of microelectronics. Optical microscopy is the oldest technique used for visualization of materials except that it is limited, today there are several variants: the scanning electron microscope (SEM) and transmission electron microscope (TEM). The SEM gives a 3D image of the outer surface, constructed by part of the electrons reflected by this surface. It thus provides information on the topography of the sample. In the case of TEM, the object to be observed is crossed by radiation. We no longer use light but a beam of electrons which will be more or less transmitted by the sample, as is the case with light in the optical microscope.