



GRUPEMENT NATIONAL DE  
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE  
ET DE MICROANALYSES

En convention de coopération avec la Société Française de Physique



## TD au choix STAGE 2 – Résumés

*\*en vert : TD de 3 heures*

### 1- Analyse d'image :

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

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

Le TD pourra être orienté vers l'analyse d'images 3D selon la demande.

### 2- AFM :

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

Préparation des échantillons et environnement.

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

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

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

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

Complémentarité des modes AFM par rapport au MEB.

### 3- Cartographie EDS :

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

A l'aide d'exemples, ce TD décrira :

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

- les images spectrales,

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

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

### 4- Cathodoluminescence (CL) :

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

**5- EBSD :**

Au cours du TD nous compléterons ce qui aura été vu préalablement dans la semaine concernant les éléments nécessaires à l'indexation des phases et à l'acquisition des données et, si possible, nous réaliserons une acquisition.

Enfin, nous exploiterons des données déjà acquises à l'aide de différentes représentations (cartes, graphes, figures de pôles, joints de grains, etc.).

**6- Echantillons isolants :**

Deux échantillons isolants, différents et non métallisés seront proposés :

des fibres polyester et un échantillon obtenu par projection plasma de céramique,

ce qui nous permettra de comparer et voir les différences de comportements des deux échantillons pour les mêmes conditions d'observations.

Puis, on optimisera les paramètres du MEB en fonction du matériau observé.

**7- EDS sur MEB ESEM ou à pression contrôlée :**

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

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

Discussion des résultats.

Comparaison avec logiciel de simulation Monte Carlo pour l'analyse et la discussion des résultats.

Discussion sur les modèles de correction de la littérature.

**8- ESEM :**

Nous parlerons au cours de ce TD de différentes possibilités offertes par ce mode de fonctionnement (essais in situ : traction, chauffage, hydratation/déshydratation, imagerie par contraste de charge ...).

Nous réaliserons des observations sur des échantillons isolants sans métallisation,

puis l'hydratation et la déshydratation de cristaux de chlorure de sodium : mise en évidence du caractère hydrophile de Na Cl et variation de la taille des cristallites en fonction de la cinétique de déshydratation.

**9- Essais mécaniques in situ :**

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

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

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

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

**10- FIB :**

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

**11- Lithographie :**

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

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

**12- MEB-STEM :**

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

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

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

**13- MET Introduction :**

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

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

Pour illustrer :

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

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

**14- Métallisation :**

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

**15- Microfluorescence X pour MEB :**

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

**16- Monte-Carlo simulation :**

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

**17- Spectrométrie Raman :**

Dans un premier temps, quelques éléments de théorie sur l'effet Raman seront abordés (phénomènes physiques, ...). La suite du TP se déroulera sur un spectromètre Jobin-Yvon T64000. Les différentes spécificités de l'appareil ainsi que son mode de réglage seront présentés afin de mieux cerner les problèmes expérimentaux inhérents à la technique. Les stagiaires auront alors la possibilité d'acquérir des spectres sur différents échantillons (phosphates, oxydes, semi-conducteurs) et dans les différents modes d'acquisition de l'appareil. Certains exemples d'applications (imagerie, contraintes résiduelles, ...) seront également traités sur micro-ordinateurs.

**18- Stéréo 3D - reconstruction de surface :**

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

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

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

**20- Traitement WDS - Analyse quantitative, applications aux éléments très légers :**

Au cours de ce TD on abordera la procédure d'analyse quantitative en WDS (choix des conditions opératoires, réglages du spectromètre, etc.). Le cas particulier de l'analyse des éléments très légers et en particulier celui du carbone sera examiné (problèmes spécifiques posés par l'analyse des rayonnements de faibles énergies, préparation des échantillons, acquisition des données, etc.).