

## Préparation des échantillons pour les observations en MEB et les analyses

Exposés pédagogiques dans l'amphi Farabeuf du site des Cordeliers (métro Odéon)

*Jeudi 29 novembre 2007*

**08h45 - 09h00** Accueil

**09h00 - 09h30** **Introduction** (Jacky Ruste)

*Le mode de préparation d'un échantillon dépend de l'information recherchée, topographie, microstructure ou composition et bien sûr de la nature de l'échantillon et de la forme dans laquelle il se présente : échantillon dur et massif, échantillon biologique, poudre, etc....*

*La clé d'une bonne observation ou d'une analyse correcte réside dans une préparation adéquate de son échantillon. Avant tout, il faut se poser la question de savoir quels sont les raisons ou les buts de cette observation (observation topographique, micrographique, microanalyse, EBSD...), ce qui déterminera d'une part la mise en œuvre de son échantillon (brut, poli, lame mince...) et de l'ensemble des opérations nécessaires.*

*Il ne faut pas non plus négliger les risques d'artefacts qui sont fréquents et très importants à toutes les étapes de la préparation.*

*Les exposés de ces deux journées ont pour but de passer en revue les différentes étapes indispensables à obtention de résultats pertinents.*

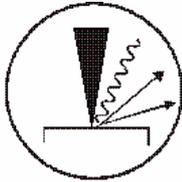
**09h30 - 10h00** **Découpe des matériaux durs** (Rémy Chiron - LPMTM Villetaneuse)

*L'observation et la caractérisation d'un échantillon au microscope électronique à balayage nécessitent le plus souvent une préparation spécifique de sa surface, hormis lorsqu'il s'agit d'observer directement le faciès initial (rupture, clivage, etc.).*

*Selon la nature des observations ou des caractérisations à effectuer, il est nécessaire de préparer l'échantillon et sa surface de telle sorte qu'aucun artefact de préparation ne vienne les perturber, voire les empêcher.*

*La première étape de la préparation d'un échantillon consiste, en général, à réaliser un prélèvement dans un morceau de matériau de volume ou de surface plus ou moins importants selon sa provenance. Il peut se faire en plusieurs étapes, notamment si le volume initial de matière est très important.*

*Cet exposé se propose de faire le point sur les différentes méthodes de découpe des matériaux durs, métalliques ou céramiques, des plus grossières aux plus fines, en présentant autant que possible leurs avantages et leurs inconvénients, en terme de qualité, de vitesse de découpe et de coût de prestation.*


**10h00 - 10h30 Techniques d'enrobage** (Sonia Achard - Technocentre Renault)

*L'enrobage des échantillons est dans la plupart des cas nécessaire avant l'opération de polissage. Il permet en effet de polir les échantillons trop petits pour être manipulés et d'assurer une bonne préparation des bords.*

*Différentes techniques d'enrobage peuvent être mises en œuvre en fonction de la nature de l'échantillon et du type d'analyses nécessaires à son examen. Cet exposé fait une synthèse des techniques d'enrobage couramment utilisées et des précautions particulières à prendre.*

**10h30 - 13h45 Rencontres techniques avec les constructeurs** à Jussieu aux caves Esclançon (météo Jussieu) : Pause-café suivie d'un Buffet offerts par les constructeurs et le GN-MEBA aux adhérents du groupement.

**14h00 - 14h30 Assemblée Générale du GN-MEBA**
**14h30 - 15h10 Polissage mécanique** (François Grillon - ENSMP Evry)

*Après la découpe, les différentes étapes de polissage comportent le rodage, le polissage grossier, le polissage fin et la finition.*

*Toutes ces opérations ont en commun le fait de mettre en contact des particules abrasives avec l'échantillon en présence d'un lubrifiant qui assure simultanément le transport des copeaux et le refroidissement de l'échantillon et de l'abrasif.*

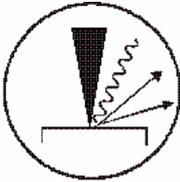
*Ces différentes étapes seront détaillées. On mentionnera aussi l'intérêt d'une telle préparation pour une observation et la microanalyse X en microscopie électronique et les artefacts que l'on peut rencontrer.*

**15h10 - 15h50 Décapage de surface et attaques métallographiques** (Florence Le Strat - Renault)

**15h50 - 16h05** Pause

**16h05 - 16h50 Nettoyage et décontamination** (Frédéric Charlot - CMTc, St Martin d'Hères)

**16h50 - 17h30 Polissage ionique** (Marco Cantoni - EPFL / CIME)



**Vendredi 30 novembre 2007**

**09h00 - 09h50 Préparation des échantillons minces en MEB (Luc Beaunier – Univ. Paris VI)**

*Dans un échantillon massif, la diffusion des électrons crée un volume d'interaction important. Si par exemple on désire visualiser ou analyser des petites particules ou faire l'étude d'une répartition de phases, les corrections d'émission, absorption, fluorescence, etc. sont complexes et souvent impossibles. La solution consiste à minimiser le caractère massif de la matrice et donc à amincir l'échantillon. Celui-ci peut être alors observé avec les détecteurs habituels (réflexion) mais il existe aussi des détecteurs d'électrons transmis dédiés au microscope électronique à balayage. Il existe plusieurs procédés pour amincir les échantillons identiques à ceux utilisés pour la microscopie électronique à transmission. On devra choisir la méthode en fonction de la nature du matériau et du but recherché : observation ou analyse. On utilise des procédés électrochimiques pour les corps conducteurs ou même chimiques comme pour les matériaux inorganiques. Il y a aussi des procédés mécaniques tel que le broyage, la tripode ou l'ultramicrotomie. Pour prélever des particules isolées on a recours aux répliques extractives et la dispersion sur membrane pour les corps divisés. Il est possible en outre d'utiliser des techniques d'augmentation de contraste ou de marquage comme pour des polymères ou des corps organiques. Dans tous les cas il faudra sans doute passer par une préparation préalable de mise en forme de l'échantillon : sciage, polissage, carottage, meulage concave, enrobage. On trouvera sur le site internet <http://temsamprep.in2p3.fr> un outil d'aide à la décision pour choisir la méthode d'amincissement ainsi que des fiches courtes sur les techniques correspondantes et un bon de commande pour un ouvrage complet et détaillé : Jeanne Ayache, Luc Beaunier, Jacqueline Boumendil, Gabrielle Ehret, Danièle Laub." Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission " Tome 1 "Méthodologie" 270 pages, Tome 2 "Techniques" 399 pages – Editeur : Publications de l'Université de Saint Etienne (PUSE) Mai 2007.*

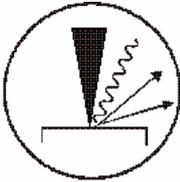
**09h50 - 10h10 Systèmes de fixation (Jacky Ruste)**

*Une fois préparé correctement, l'échantillon doit être introduit dans la chambre objet du microscope et fixé sur un support adéquat.*

*La nature du support et la manière de le fixer sur ce support dépend à la fois de la de l'échantillon (échantillon massif, échantillon mince, poudres ou poussières...) et du type d'observation et/ou analyse.*

*Dans le cas d'une observation topographique d'un échantillon massif, la méthode la plus courante est de le coller sur un porte échantillon à l'aide d'une laque conductrice (laque à l'argent ou au carbone) ou éventuellement d'un ruban adhésif double face.*

*L'échantillon peut également être pris dans un étau, solution indispensable dans le cas d'échantillons de faible épaisseur observés sur la tranche.*



**En convention de coopération avec la Société Française de Physique**

*Pour la microanalyse, où une surface plane polie est nécessaire, on utilise un porte-échantillon à plan de référence supérieur, l'échantillon étant plaqué sur la partie supérieure du portoir par un dispositif à ressort.*

*Les poudres peuvent être fixées directement à l'aide de laques conductrices ou d'un ruban adhésif. On peut également, pour des poudres très fines, les déposer sur un film mince posé sur une grille de microscope.*

*En ce qui concerne l'observation ou l'analyse de lames minces en microscopie électronique à balayage, elle est possible soit en utilisant un ensemble porte-échantillon/détecteur STEM commercial, soit en réalisant soi-même un tel dispositif.*

**10h10 - 10h40 Problématique du stockage** (Christian Mathieu - Université d'Artois)

**10h40 - 11h00** Pause

**11h00 - 11h40 Métallisation des échantillons** (François Brisset - Université Paris XI)

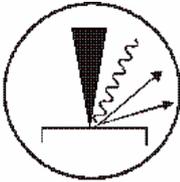
*L'observation d'échantillons non-conducteurs dans un microscope électronique à balayage est rendue difficile par l'accumulation de charges à la surface de l'échantillon. Ces charges génèrent de nombreux défauts ou artéfacts à la fois en imagerie mais également en microanalyse. Pour remédier à ces effets de charges, il est parfois possible de travailler à très basse tension ou dans un MEB à chambre à pression contrôlée. Cependant, ces solutions ne sont pas toujours compatibles avec les observations à réaliser et il est alors nécessaire de métalliser la surface des échantillons à observer ou à analyser. Nous allons donc présenter les différentes solutions qui existent pour rendre conductrice une surface isolante. Ceci inclura, en particulier, des données sur la nature du dépôt et les techniques de dépôt.*

**11h40 - 12h20 Techniques de marquage de surfaces par les principales méthodes de lithographie** (Amanda Martinez-Gil - LPL Villetaneuse)

*La miniaturisation constante des systèmes et, plus généralement, les nanotechnologies, ont permis le développement d'un certain nombre de techniques de marquage de surfaces, basées sur des techniques de lithographie.*

*La lithographie qui consiste à reproduire un motif dans une couche de résine ou directement en surface d'un matériau peut s'effectuer de différentes façons. Certaines présentent l'avantage de modifier directement la surface. Dans le cas plus répandu où elle nécessite l'utilisation d'une couche intermédiaire de résine, la lithographie doit être associée à une technique de transfert adaptée pour dupliquer fidèlement le motif dans la surface concernée : les zones de la surface non protégées par la résine peuvent être modifiées au moyen de différentes méthodes de transfert (gravure, dépôt, oxydation...). Toutes ces méthodes de marquage de surfaces ne peuvent pas s'appliquer dans tous les cas.*

*Au cours de cette présentation, nous ferons donc un bilan des principales techniques de lithographie en expliquant leur principe, leurs avantages et leurs inconvénients afin d'évaluer leur champ d'applications.*



**12h20 - 14h30** Déjeuner libre

**14h30 - 15h15** **Préparation des matériaux mous** (Alain Jadin - CERTECH)

*Les échantillons mous sont généralement constitués de matière organique, comme les polymères ou les matériaux biologiques. Leur préparation requiert souvent la mise en œuvre de méthodologies particulières liées à leurs propriétés, mais des techniques utilisées pour les matériaux durs peuvent aussi être utilisées. Pour l'observation par MEB et la microanalyse, on verra en outre que certaines méthodes destinées initialement à la microscopie en transmission (optique ou électronique), comme la microtomie, sont utilisables sur ces matériaux afin d'obtenir des surfaces planes. D'autres techniques, comme l'enrobage, le marquage, le polissage, la cryofracture, etc. s'appliquent également à ces matériaux.*

*Les techniques qui sont principalement utilisées seront passées en revue, ainsi que quelques exemples d'applications sur différents types de matériaux.*

**15h15 - 16h45** **Artefacts et table ronde** (Philippe Jonnard - Université Paris VI)