



Journées pédagogiques des 6 et 7 décembre 2018 à Paris-Jussieu

Préparation d'échantillons, **évolution des techniques de préparation**

Jeudi 6 décembre 2018

09h00 - 09h30 *Accueil des participants*

09h30 - 10h00 **La manipulation et le stockage des échantillons** - Christian MATHIEU, Université d'Artois

La mise en place d'échantillon dans le MEB nécessite leur manipulation.

Cet exposé a pour but de présenter les bonnes pratiques en termes de manipulation.

Un focus sera fait aussi sur la problématique du stockage des échantillons

10h00 - 10h30 **Découpe d'échantillons durs et massifs** - Florence ROBAUT, SIMaP, CMTc, Grenoble INP

La découpe de l'échantillon est la première étape avant sa préparation métallographique en vue des observations en microscopie électronique à balayage.

Les techniques de découpe les plus fréquemment utilisées seront présentées.

Différents exemples permettront d'illustrer les effets de ces techniques sur les zones découpées

10h30 – 14h00 **Stands Constructeurs** (caves Esclangon) avec pause-café et repas (buffet froid) offert aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs.

14h00 – 14h45 *Assemblée générale du GN-MEBA.*

Les 60 ans de la microsonde et autres anniversaires - Jacky RUSTE

14h45 – 15h15 **Applications des techniques de polissage mécanique au MEB et à la microanalyse** - Sylvain DELCHINI, BRGM, Orléans

Le polissage mécanique est une méthode classiquement utilisée pour la préparation des échantillons pour le MEB et la micro-analyse. Cet exposé présente donc les principaux paramètres pouvant influencer le polissage mécanique des échantillons.

Des exemples sur des échantillons géologiques permettront d'illustrer l'effet de certains de ces paramètres au cours des différentes étapes de préparation, depuis la roche sciée, jusqu'à la lame mince polie

15h15 – 15h45 Enrobage à froid – Etude de la relaxation de contraintes et du retrait après polissage - Marie-Eline COUTURIER, Société Française de Céramique (SFC), 91 Les ULIS

La préparation d'échantillons à observer en coupe peut se faire par enrobage puis polissage mécanique. Cependant, quelle que soit la résine utilisée, il se produit toujours un retrait et une relaxation de contraintes après polissage. Ces phénomènes peuvent perturber les analyses, notamment dans le cas de revêtements très fin déposés sur un substrat de nature différente.

Pour atténuer ces phénomènes, la SFC a comparé plusieurs résines époxy pour enrobage à froid et a étudié l'état des surfaces polies dans le temps, afin de sélectionner la résine ayant la meilleure tenue.

15h45 - 16h15 "Plasma FIB" : principes et applications - Guillaume AUDOIT, CEA-Minatec, Grenoble

L'utilisation des FIB (Focused Ion Beam) traditionnels au Gallium pour la préparation d'échantillons pour des applications TEM, MEB, EBSD a pris une très grande importance ces dernières décennies depuis leur première commercialisation dans les années 90.

La possibilité de précisément localiser les préparations sur un champ de quelques dizaines de microns grâce à un contrôle par MEB en font des outils de choix.

Cependant, de nouvelles applications (tirées par l'avènement de la microélectronique et des interconnexions 3D) et demandant des préparations sur plusieurs centaines de microns ont permis la commercialisation d'une technologie alternative dite à source plasma permettant de dresser de plus grand champ de vue.

Cet exposé fera un rapide rappel sur les applications couvertes par les FIB à source gallium liquide puis illustrera les nouvelles applications générées par les FIB à source plasma.

16h15 – 16h45 Pause

16h45 - 17h15 La métallisation : but, mises en œuvres et limitations - Fabrice GASLAIN, Mines ParisTech, Evry / CNRS

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 artefacts 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 équipé d'une chambre à pression contrôlée.

Cependant, ces solutions ne sont pas toujours compatibles avec les observations à réaliser et il est alors nécessaire de "métalliser" (ou rendre conducteur) 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 et les techniques de dépôt lors de leurs mises en œuvre et les limitations.

17h15 – 18h15 Préparations d'échantillons pour microscopie analytique de 1 à 30 keV - Raynald GAUVIN, Department of Materials Engineering, McGill University, Montréal, Québec, Canada

La technologie du ion milling pour l'imagerie haute résolution à basse tension d'énergie sera présentée pour des échantillons massifs. Des exemples seront présentés dont des alliages Al-Li pour imagerie en électrons rétrodiffusés. La préparation d'échantillons massifs pour l'EBSD sera aussi présentée.

La préparation de lames minces pour des analyses STEM à 30 keV et moins sera couverte avec le FIB, le jet electropolishing et l'UNIMILL. Des applications en EELS et CBED à 30 keV seront présentés avec le nouveau microscope Hitachi SU-9000. Ce microscope a une résolution de 0,24 nm en champ clair STEM à 30 keV et des exemples d'images à haute résolution seront présentés.

L'effet de la qualité de la préparation sur la qualité des résultats obtenus sera discuté. La minimisation de la contamination par le carbone pour des images à haute résolution spatiale sera aussi présentée.

Vendredi 7 décembre 2018

09h00 – 09h30 **Le marquage de surface au service de la Corrélation d'Image Numérique.-** Alexandre TANGUY, LMS, Ecole Polytechnique, Palaiseau

La réalisation d'essai mécanique in situ MEB, apparu dans les années 80, s'est fortement répandue ces dernières années dans les laboratoires de recherche en mécanique, grâce à la mise à disposition par les constructeurs, de solutions commerciales de machines de traction in situ.

Pendant, pour obtenir des cartographies de déformations, il est nécessaire d'avoir recours à la corrélation d'image numérique qui elle-même ne fonctionne que si l'échantillon présente une variation de contraste local à sa surface. C'est dans cette optique que le marquage de surface prend tout son intérêt.

Les techniques de marquages regroupent en fait un grand nombre de méthodes différentes :

Chaque méthode présente, bien entendu, des avantages et des inconvénients qui en définissent leurs limites.

Dans cet exposé, je me focaliserai sur deux méthodes que nous utilisons au Laboratoire Mécanique des Solides : la lithographie électronique par faisceau d'électrons et le démouillage de film mince métallique.

Mon exposé s'articulera autour de la mise en œuvre et des limites des deux techniques citées ci-dessus, de l'intérêt de combiner les deux procédés pour une stratégie multi-échelle d'analyses, enfin je vous présenterai quelques résultats de corrélation d'image associée.

Mots clefs : micromécanique in-situ MEB, lithographie électronique, démouillage de film mince. Corrélation d'image numérique, cartographie de déformation.

09h30 – 10h00 **Préparation des polymères -** Alain JADIN, CERTECH - 7180 Seneffe, Belgique

Les polymères présentent des propriétés particulières qui conditionnent la préparation des échantillons pour l'observation MEB et la microanalyse. Leur faible conductivité électrique et leurs propriétés mécaniques présentent a priori un obstacle pour la préparation ou l'observation.

Certaines techniques utilisées pour les matériaux plus durs, ou pour la microscopie en transmission (optique ou électronique) peuvent être adaptées. On décrira quelques exemples d'utilisation des différents instruments de microtomie afin d'obtenir des surfaces planes, ainsi que la préparation par fracture, dans différents domaines d'application.

10h00 – 10h30 Préparation des poudres pour le MEB et la microanalyse - Guillaume WILLE, BRGM, Orléans

Préparer une poudre pour l'observation et l'analyse par microanalyse est parfois simple, mais peut également s'avérer compliqué, du fait de différents problèmes, tels que l'adhésion des particules au support, l'agrégation de la poudre qui génère des instabilités et des effets de charge, la forme et la taille des particules difficilement compatibles avec l'EDS ou le WDS...

Différentes techniques de préparations des particules existent, du simple «saupoudrage» sur un adhésif conducteur à l'utilisation du MEB-FIB pour observer l'intérieur de particules fines.

Au cours de cet exposé, nous présenterons différentes techniques utilisables pour la préparation de ces échantillons, de leur pertinence par rapport aux besoins et aux utilisations, que nous illustrerons par des exemples dans des domaines tels que les poudres minérales, céramiques et métalliques, et couvrant les domaines granulométriques allant des particules micrométriques jusqu'aux nanoparticules.

10h30 – 11h00 Pause

11h00 – 11h30 Nouvelle approche d'acquisition des données de macle de la calcite sous EBSD - Camille PARLANGEAU, LMS, école Polytechnique, Palaiseau

En géologie structurale, l'inversion des données de macles de la calcite est communément utilisée pour reconstruire les paléo-contraintes dans les bassins sédimentaires. Une macle est une association poly-cristalline orientée formée par la juxtaposition de cristaux d'une même phase. La méthode d'inversion la plus utilisée utilisant le maclage de la calcite nécessite les informations suivantes :

- Orientation de l'axe optique du cristal
- Orientation des 3 plans de macles possibles
- Statut maclé ou non maclé sur chacun des 3 plans.

Pour chaque grain l'inversion a besoin des informations sur un minimum de 30 cristaux par lame mince (sachant qu'un échantillon est composé de 3 lames minces perpendiculaires les unes aux autres). Traditionnellement, les données sont collectées en utilisant un microscope optique équipé d'une platine universelle. Cependant le protocole est long et fastidieux. Il faut rester plusieurs jours devant le microscope à collecter les données pour un seul échantillon. Et à cela s'ajoutent les limitations techniques liées à l'utilisation d'une platine universelle qui ne permet pas de mesurer les orientations des plans maclés subparallèles à la lame mince, qui est limitée aussi quant à l'inclinaison pouvant être appliquée pour mesurer un plan. S'ajoutera aussi la limite de la vision humaine qui impacte directement la détermination sur le statut du plan de macle (maclé ou non maclé). Toutes ces limitations peuvent amener à des erreurs sur la détermination des contraintes à l'origine de ces déformations (Parlangeau et al., 2018).

L'EBSD est utilisé afin d'obtenir des informations quantitatives sur les microstructures et les orientations cristallines. Cet outil peut donc permettre d'aider à résoudre ces limitations techniques mais aussi à réduire considérablement les erreurs sur le statut maclé ou non maclé des plans de macle. Cependant, les matériaux géologiques nécessitent une adaptation quant au protocole EBSD afin de limiter le temps d'analyse tout en gardant une résolution des données nécessaire dans le cadre d'une utilisation du maclage de la calcite pour reconstruire les paléo-contraintes. La mise en place d'un nouveau protocole nécessite par ailleurs d'analyser les mêmes matériaux suivant le protocole testé et la mesure traditionnelle. La préparation des échantillons et la mise en place de l'analyse EBSD ont été des défis techniques majeurs durant la thèse. L'EBSD sera-t-il utilisable, à l'avenir, pour les matériaux géologiques ?

11h30 – 12h00 Microscopie électronique et granulométrie d'une matrice complexe - Philippe HALLEGOT et Stéphane AMBERT, L'OREAL R&I, Aulnay-sous-Bois

Les nouvelles réglementations qui s'appliquent au domaine des nanomatériaux poussent à une évolution des techniques de préparation des échantillons. En effet, les nanomatériaux ne se définissent pas uniquement sur des critères de taille, mais également sur des critères de distribution en tailles.

La préparation des échantillons pour une détermination du caractère nanométrique d'un matériau devient donc primordiale, car la représentativité de l'échantillon, sa dispersion dans un milieu adéquate, et pour les techniques de microscopie son dépôt sur un support adapté, vont avoir un impact sur la classification correcte de la matière première analysée.

Chaque technique voit l'échantillon d'une manière qui lui est propre, et c'est la confrontation des résultats obtenus par plusieurs méthodes d'analyses qui permettra de classer un matériau. La problématique est d'autant plus compliquée que la matrice analysée est complexe, comme dans le cas des produits cosmétiques.

12h00 – 12h30 Préparation d'échantillons complexes et hydratés - Stéphane GABOREAU, BRGM, Orléans

Les matériaux hydratés tel que les roches argileuses ou les pâtes de ciment hydratés, à l'instar des « roches dures », sont des échantillons complexes et fragiles au regard de la préparation qu'ils requièrent pour pouvoir imager leurs microstructures. La préparation d'échantillons hydratés est donc un paramètre clé sur l'acquisition d'image et les interprétations qui en sont faites.

De leur découpe, jusqu'au polissage, en passant par leur imprégnation, différentes étapes sont nécessaires pour obtenir des sections polies qui permettront d'imager ces matériaux, en préservant au mieux leur microstructure, du nanomètre au centimètre.

Chaque étape de préparation peut induire des artefacts, notamment sur les variations du volume (contraction/expansion), sur la quantification des paramètres microstructuraux et sur les propriétés physico-chimiques.

Différentes étapes de préparation, non exhaustives, seront présentées en montrant les avantages et certaines limites.

12h30 - 14h15 Déjeuner libre

14h15 – 15h15 Méthodes conventionnelles de préparation d'échantillons en microscopie électronique pour la biologie - Alexis CANETTE, Sorbonne Université, CNRS, Institut de Biologie Paris-Seine (IBPS) FR 3631, Service de Microscopie Electronique, Paris

Cryométhodes en microscopie électronique pour la biologie - Michael TRICHET, Sorbonne Université, CNRS, Institut de Biologie Paris-Seine (IBPS) FR 3631, Service de Microscopie Electronique, Paris

La description de l'organisation intime du vivant est une approche fondamentale en biologie. Le vivant présentant une grande variabilité de taille et de complexité, son étude nécessite de combiner des techniques d'imagerie pour couvrir une large gamme d'échelles d'observation.

La microscopie électronique (ME) est une des approches les plus résolues en microscopie. Elle permet de révéler l'organisation ultrastructurale et de localiser des événements aux échelles tissulaires, cellulaires, sub-cellulaires et macro-moléculaires.

L'observation d'échantillons biologiques est néanmoins un défi en ME de part leur nature : ils sont hydratés, labiles, composés d'atomes peu denses aux électrons...

Ainsi, une préparation préliminaire adaptée aux spécificités de chaque échantillon est souvent obligatoire, éliminant les processus dynamiques et générant des artéfacts.

Les deux exposés successifs présenteront un aperçu des techniques de préparation selon deux grandes approches : les techniques dites conventionnelles et les cryométhodes, toutes deux concernées par des récents bons technologiques instrumentaux.

15h15 – 15h45 Optimisation de la préparation d'échantillons et retouche numérique d'images : recherche d'un certain "esthétisme" en Microscopie Electronique à Balayage - Stephan BORENSZTAJN, Institut de Physique du Globe, Paris

La métallisation homogène (couvrante) d'échantillons extrêmement rugueux tels que les insectes (Lépidoptères, Hyménoptères, Arachnides...) ou bien les roches brutes non polies présente une difficulté majeure en Microscopie Electronique à Balayage.

Une mauvaise métallisation des échantillons observés en haut vide entraîne des perturbations sur les signaux, en électrons secondaires tout particulièrement, altérant la qualité des images obtenues.

Comment palier à ces problèmes de préparation ? Quelles sont les limites de la basse tension en Microscopie Electronique à Balayage sur la qualité visuelle des photos réalisées? Que peut apporter un logiciel de retouche d'images comme photoshop à l'"amélioration esthétique" des images MEB? Que peut apporter la colorisation des microphotographies dans le domaine de la science?

Fin des Journées pédagogiques