



29 – 30 Novembre 2007

**« Préparation des
échantillons minces »**

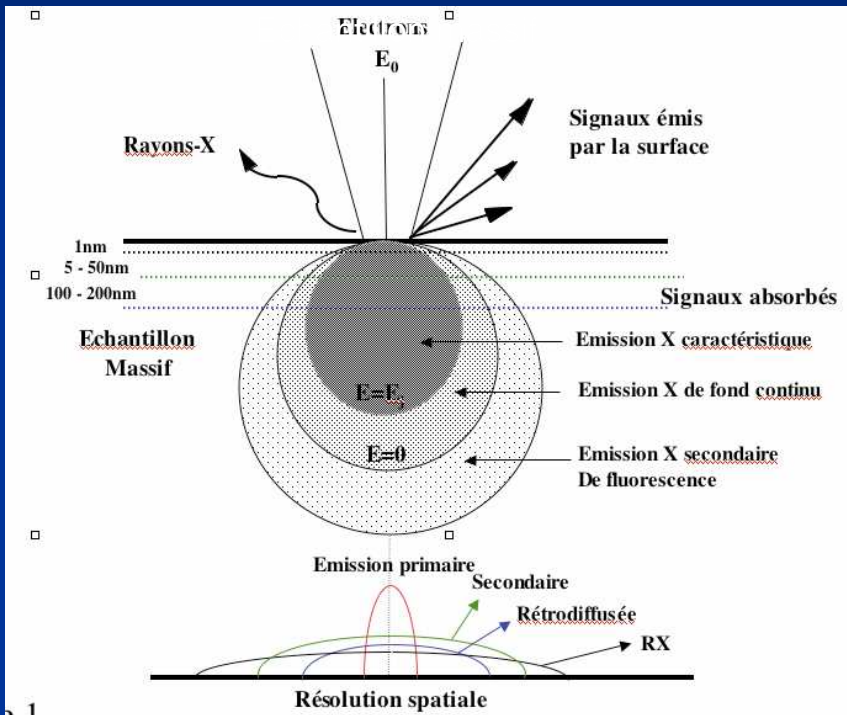
Luc Beaunier

Laboratoire Interfaces et Systèmes Electrochimiques
(CNRS UPR 15 LISE)
Université Pierre et Marie Curie (PARIS VI)
Boite courrier 133
4 Place Jussieu 75252 PARIS Cedex 05

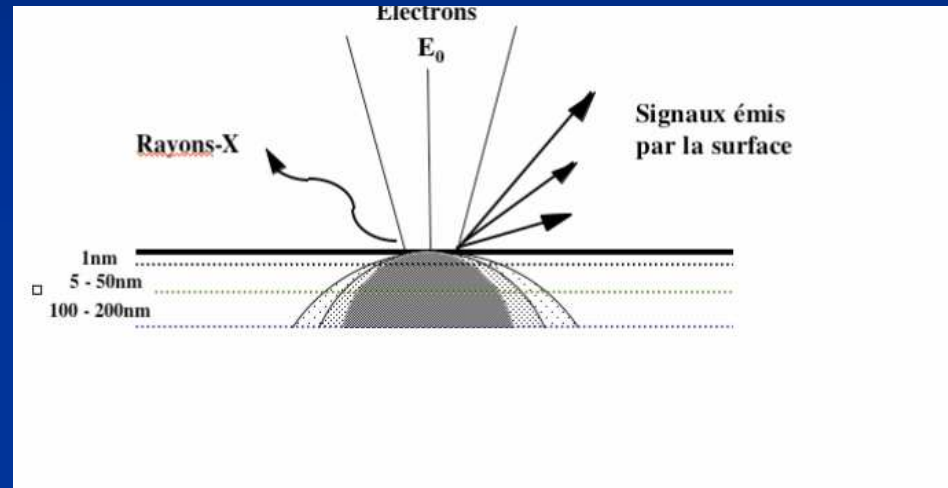


Pourquoi préparer un échantillon mince ?

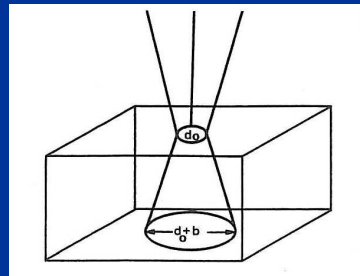
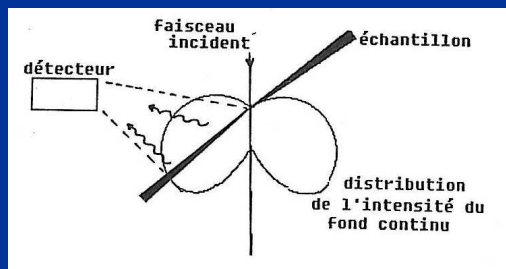
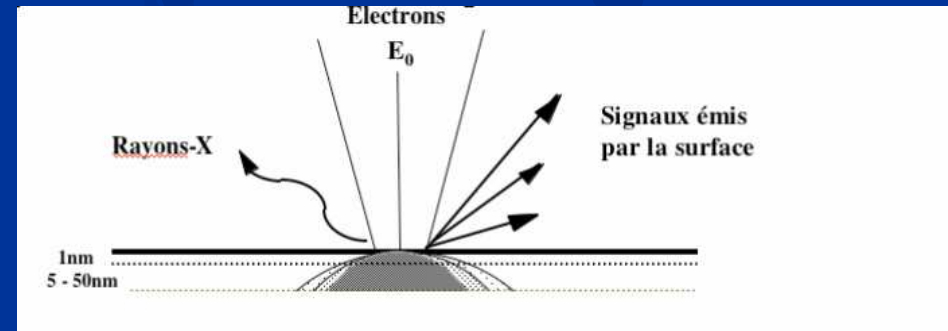
Emission / transmission



Echantillon sous forme de lame de faible épaisseur



Echantillon en lame mince transparente aux électrons



Quel type de préparation ?

Emission

Les MEB à canon à émission de champ dont les faisceaux sont fins (1 nm) permettent des analyses très localisées .

Solution pertinente pour couvrir certaines applications qui nécessitaient auparavant la microscopie électronique à transmission.



1 - Amincissement de lames inférieures à 1 micron



Echantillon aminci avec recherche de phases



Echantillon aminci avec précipités



Echantillon après dissolution

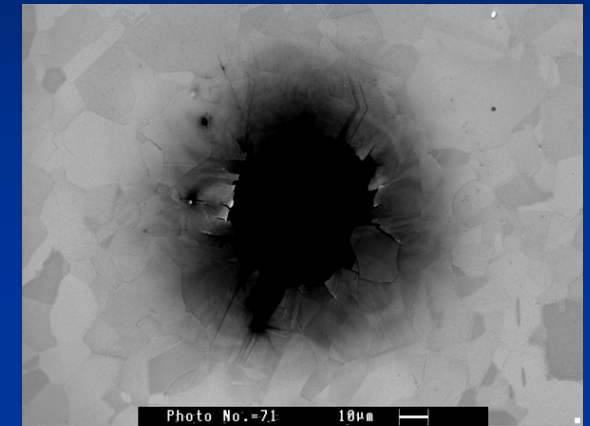
2 - Lame mince et grille de 3mm de diamètre pour la microscopie à transmission

Emission / transmission

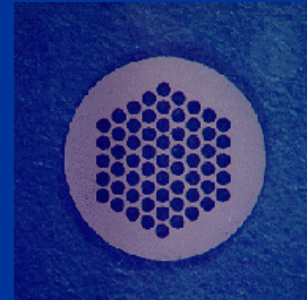
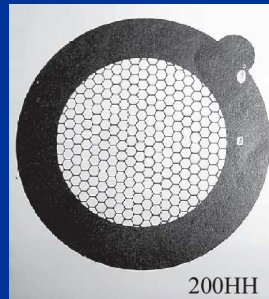
Pastille de diamètre 3 mm



Lame mince



Grille de diamètre 3 mm



Réplique extractive

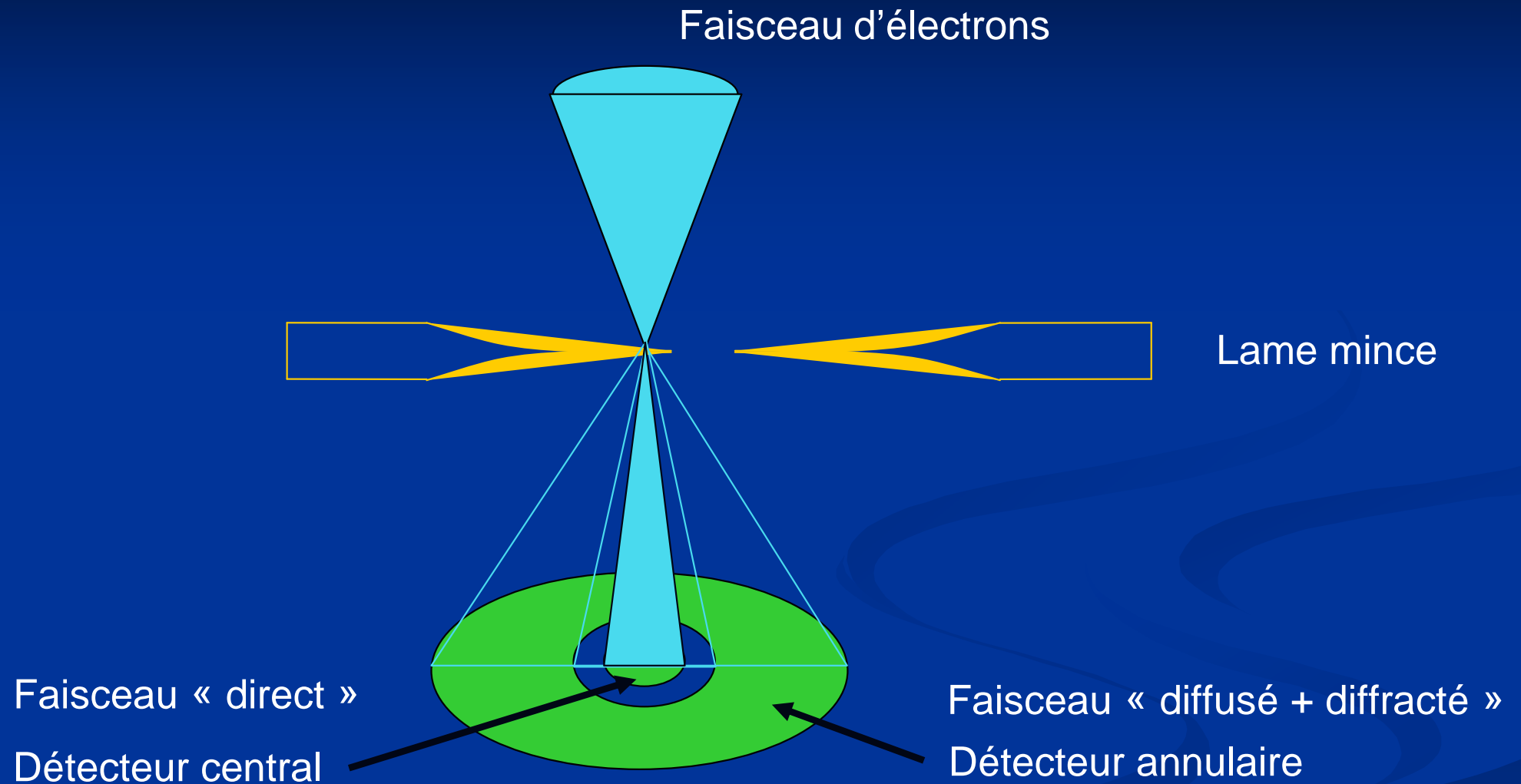


Dispersion

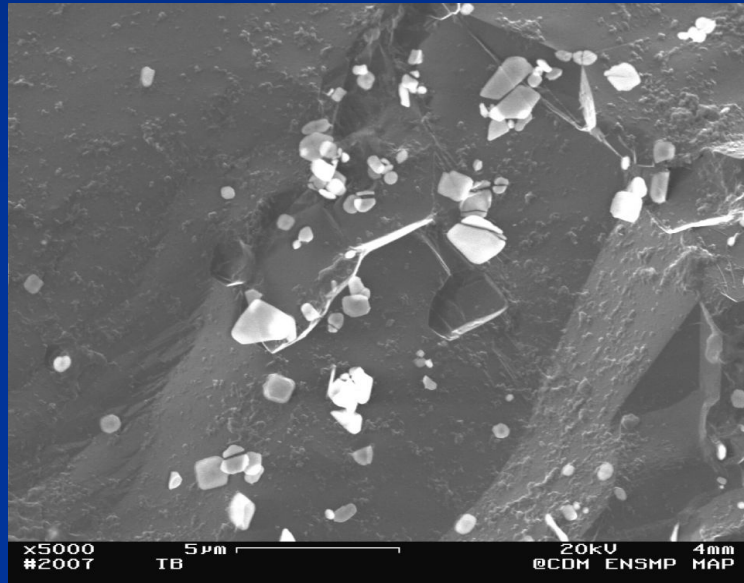


Autres préparations : ultramicrotome, tripode

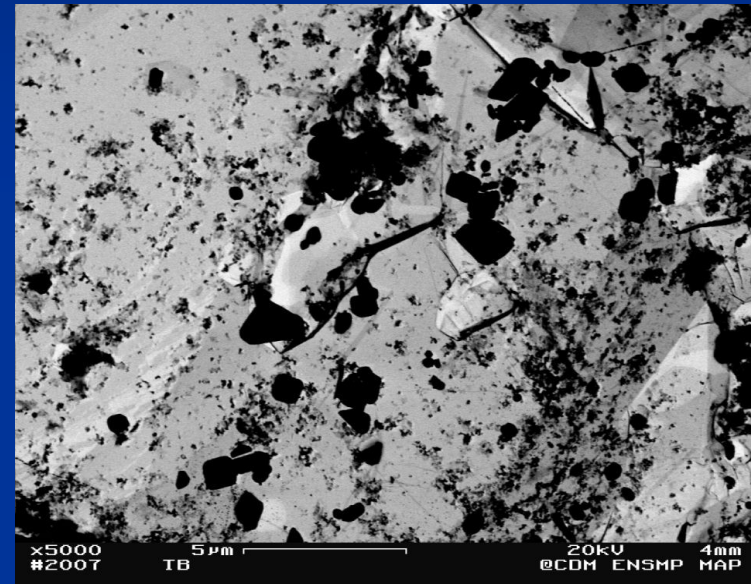
Accessoire de transmission pour MEB



F. Grillon – Acier avec précipitation



Champ clair



Champ sombre



Interprétation des contrastes

MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION : GUIDE DE PREPARATION DES ECHANTILLONS (Prélèvement avec minimisation des dégâts induits)

TECHNIQUES DE PRÉPARATION PRÉALABLES

- Sciage
- Carottage sous ultrasons
- Polissage mécanique
- Meulage concave « Dimpler »
- Polissage électrolytique
- Polissage chimique
- Technique du Sandwich
- Enrobage
- Substitution-Imprégnation-Inclusion
- Fixation chimique
- Fixation physique : cryo-fixation
- Films support continu
- Films support à trous

TECHNIQUES DE PRÉPARATION PAR AMINCISSEMENT

- Electrolytique par double jet
- Electrolytique en plein bain
- Chimique par double jet
- Chimique en plein bain
- Bombardement ionique
- Faisceau d'ions focalisés (FIB)

TECHNIQUES DE PRÉPARATION MÉCANIQUE

- Broyage
- Coin clivé
- Tripode
- Ultramicrotomie
- Cryo-ultramicrotomie

TECHNIQUES DES RÉPLIQUES

- Réplique directe
- Réplique indirecte
- Réplique extractive
- Cryo-fracture


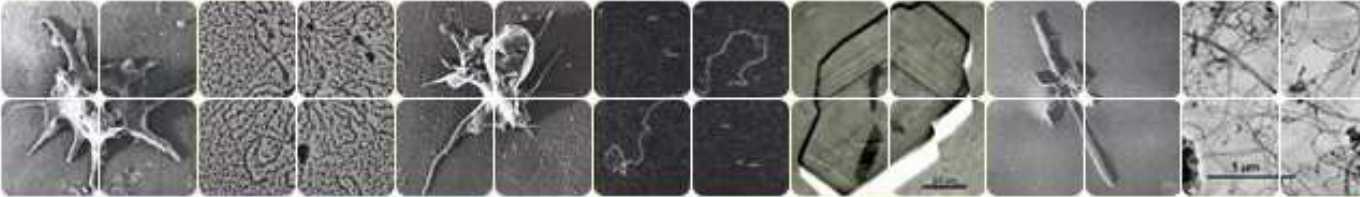
TECHNIQUES SPÉCIFIQUES AUX MATERIAUX DIVISÉS

- Dispersion de matériaux divisés
- Film de suspension congelée

TECHNIQUES D'AUGMENTATION DE CONTRASTE ET DE MARQUAGE



- Décoration-Ombre
- Contraste « coloration négative »
- Contraste « coloration positive »
- Immuno-marquage

[IN2P3](#) | [CNRS](#) | [Annuaire](#) | [sites CNRS](#) | [Autres sites](#)

Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons

[guides méthodologiques](#) | [techniques](#) | [photothèque](#) | [lexique](#) | [livre](#) | [observations](#) | [actualité](#) | [partenaires](#) | [contactez nous](#) | [liens](#)

Ouvrages payants de 300 et 400 pages



Méthodologie et descriptions détaillées de toutes les techniques



Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission

Tome I : Méthodologie
Langues : Français, anglais.

Tome II : Techniques
Langues : Français, anglais.

Pour acheter nos livres, cliquez [ICI](#).
Version anglaise à venir

Auteurs : [Jeanne Ayache](#), [Luc Beaunier](#), [Jacqueline Boumendil](#), [Gabrielle Ehret](#), [Danièle Laub](#)

Editeur : Publications de l'Université de Saint-Etienne

Les ouvrages :

Ces livres s'adressent à une large communauté de chercheurs, ingénieurs et techniciens en science des matériaux (physique, chimie), en science de la terre (minéralogie, géologie) et en biologie qui utilisent la microscopie électronique en transmission (MET) pour analyser la structure de tout type de matériaux ainsi que la relation entre leur structure et leurs propriétés ou leurs fonctions spécifiques.

Éditions de la Méthodologie

Accès gratuit

<http://temsamprep.in2p3.fr>

→ Logiciel d'aide à la décision (accès gratuit)



Nominé au Prix
ROBERVAL 2007

(Prix du Livre et de la
Communication)

IN2P3 CNRS Annuaire Sites CNRS Autres sites

CNRS CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons

guides méthodologiques

- techniques
- photothèque
- lexique
- nos livres
Version anglaise à venir

actualité scientifique

- partenaires
- observations
- contactez nous
- liens

IN2P3 MRCT CNRS Formation Entreprises Su Webmaster : Frédéric LEBIET

PHP | MV

AIDE  [Fermer] Avec la collaboration de Michel Charles

----- GUIDE PEDAGOGIQUE -----

| Techniques | Critères | Organisation du matériau | Etat physique | Type de matériau | Phase chimique | Dureté | Fragilité | Propriété électrique | Orientation de la coupe d'échantillon | Type d'analyse |
|------------|----------|--------------------------|---------------|------------------|----------------|----------------|-----------|----------------------|---------------------------------------|-------------------|
| | | massif | compact | métal | monophi | dureté moyenne | ductile | conduc | plane-longitudi | composition chimi |

AIDE A LA DECISION **valider vos choix** annuler AIDE A LA DECISION

| | | | | | | | | | | |
|--|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| <u>Amincissement électrolytique par double jet</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Amincissement électrolytique en plein bain</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Amincissement chimique par double jet</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Amincissement chimique en plein bain</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Bombardement ionique</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Faisceau d'ions focalisés (FIB)</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Ultramicrotomie</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Broyage</u> | ✓ | ✓ | ✗ | ✓ | ✓ | ✗ | ✓ | ✗ | ✓ | ✓ |
| <u>Coin clivé</u> | ✓ | ✓ | ✗ | ✗ | ✗ | ✗ | ✓ | ✗ | ✓ | ✓ |
| <u>Tripode</u> | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✗ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| <u>Cryo-ultramicrotomie</u> | ✓ | ✓ | ✗ | ✓ | ✗ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

Aide à la décision



Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons



[guides méthodologiques](#) |
 [techniques](#) |
 [photothèque](#) |
 [lexique](#) |
 [livre](#) |
 [observations](#) |
 [actualité](#) |
 [partenaires](#) |
 [contactez nous](#) |
 [liens](#)

[guide simple](#) --- [guide pédagogique](#)

Sélectionnez les caractéristiques de votre échantillon selon les critères (Organisation du matériau, Etat physique, ...) puis cliquez sur le bouton "valider vos choix".

De vos choix résulteront une ou des techniques d'aide à la préparation. Cliquez sur une technique pour en avoir le détail (avantages, inconvénients, ...).

Pour approfondir vos recherches, orientez vous vers le "guide pédagogique".

| CARACTERISTIQUES DU MATERIAU | TECHNIQUES D'AIDE A LA PREPARATION | CHOIX DE L'ANALYSE |
|---|---|---|
| <p><u>Organisation du matériau</u></p> <p>massif <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Amincissement électrolytique par double jet</u></p> <p><u>Amincissement électrolytique en plein bain</u></p> <p><u>Amincissement chimique par double jet</u></p> <p><u>Amincissement chimique en plein bain</u></p> | <p><u>Orientation de la coupe d'échantillon</u></p> <p>plane-longitudinale <input type="button" value="v"/></p> |
| <p><u>Etat physique</u></p> <p>compact <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Bombardement ionique</u></p> <p><u>Faisceau d'ions focalisés (FIB)</u></p> | <p><u>Type d'analyse</u></p> <p>composition chimique <input type="button" value="v"/></p> |
| <p><u>Type de matériau</u></p> <p>métal <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Brovage</u></p> <p><u>Coin clivé</u></p> <p><u>Tripode</u></p> | |
| <p><u>Phase chimique</u></p> <p>monophasé <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Ultramicrotomie</u></p> <p><u>Cryo-ultramicrotomie</u></p> | |
| <p><u>Dureté</u></p> <p>dureté moyenne <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Réplique directe</u></p> <p><u>Réplique indirecte</u></p> <p><u>Réplique extractive</u></p> | |
| <p><u>Fragilité</u></p> <p>ductile <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Cryo-fracture</u></p> <p><u>Dispersion de matériaux divisés</u></p> | |
| <p><u>Propriété électrique</u></p> <p>conducteur <input type="button" value="v"/></p> | <p><u>Films de suspension congelée</u></p> <p><u>Contraste décoration-ombrage</u></p> <p><u>Contraste 'coloration négative'</u></p> <p><u>Contraste 'coloration positive'</u></p> <p><u>Immunomarquage</u></p> | |
| | <p><input type="button" value="valider vos choix"/> <input type="button" value="annuler"/></p> | |

Sélection des paramètres du matériau



Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons



[guides méthodologiques](#) | [techniques](#) | [photothèque](#) | [lexique](#) | [livre](#) | [observations](#) | [actualité](#) | [partenaires](#) | [contactez nous](#) | [liens](#)

[guide simple](#) --- [guide pédagogique](#)

Sélectionnez les caractéristiques de votre échantillon selon les critères (Organisation du matériau, Etat physique, ...) puis cliquez sur le bouton "valider vos choix".

De vos choix résulteront une ou des techniques d'aide à la préparation. Cliquez sur une technique pour en avoir le détail (avantages, inconvénients, ...).

Pour approfondir vos recherches, orientez vous vers le "guide pédagogique".

| CARACTERISTIQUES DU MATERIAU | TECHNIQUES D'AIDE A LA PREPARATION | CHOIX DE L'ANALYSE |
|--|--|--|
| <p><u>Organisation du matériau</u></p> <p>massif</p> | <p><u>Amincissement électrolytique par double jet</u></p> <p><u>Amincissement électrolytique en plein bain</u></p> <p><u>Amincissement chimique par double jet</u></p> <p><u>Amincissement chimique en plein bain</u></p> <p><u>Bombardement ionique</u></p> <p><u>Faisceau d'ions focalisés (FIB)</u></p> <p><u>Ultramicrotomie</u></p> | <p><u>Orientation de la coupe d'échantillon</u></p> <p>plane-longitudinale</p> |
| <p><u>Etat physique</u></p> <p>compact</p> | | <p><u>Type d'analyse</u></p> <p>composition chimique</p> |
| <p><u>Type de matériau</u></p> <p>métal</p> | | |
| <p><u>Phase chimique</u></p> <p>monophasé</p> | | |
| <p><u>Dureté</u></p> <p>dureté moyenne</p> | | |
| <p><u>Fragilité</u></p> <p>ductile</p> | | |
| <p><u>Propriété électrique</u></p> <p>conducteur</p> | | |
| | | <p>valider vos choix</p> <p>annuler</p> |

Après validation



Choisir une technique



Fiche résumée

Fiche résumée

http://temsamprep.in2p3.fr/?lang=fr&fiche=15 - TEMsamprep - technique d'aide a la preparation d - Windows Inter...

Google G

Go 454 blocked Check Autolink Settings

La technique d'amincissement électrolytique par double jet est une technique de dissolution électrochimique. Les jets permettent d'avoir une action plus importante sur le centre de l'échantillon et d'y obtenir un trou à bords minces.

- **Matériaux**

Cette technique s'applique essentiellement sur métal ou un semi-conducteur massif compact monophasé quelque soit la dureté et la fragilité. Dans certains cas polyphasés et/ou contenant précipités ou ségrégations il est possible de trouver une solution.

- **Mode opératoire**
- **Appareillages**

L'appareillage se compose d'un générateur électrique qui permet de réguler le potentiel et le courant de dissolution. L'échantillon est placé dans un porte-objet qui laisse libre les deux faces de l'échantillon et assure le contact électrique. Celui-ci est placé dans la cellule électrolytique dite "à double jet" où deux buses centrées sur les deux faces de l'objet assurent l'arrivée des jets d'électrolyte (dont la pression est contrôlée). Les buses comportent chacune une électrode pour le passage du courant de dissolution. La cellule est placée dans une cuve contenant l'électrolyte qui peut être régulé en température si nécessaire.

- Préparations préalables
- Autres préparations
- Principe
 - But
 - Méthode
 - Action
 - Matériaux
- Mode opératoire
 - Appareillages
 - Procédures
- Variantes
- Avantages
- Inconvénients
- Artéfacts
- Types d'analyses
- Risques
- Conclusion
- Bibliographie
- Informations complémentaires

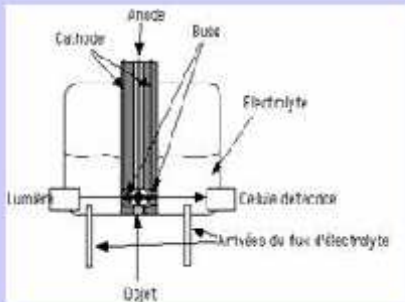
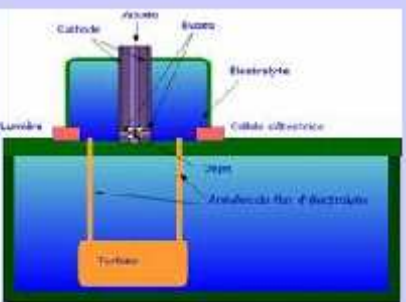


Fig. 3.1-1 : Schéma de la cellule à double jet

Fig. 3.1-2 : Détail de la cellule à double jet



Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons



guides méthodologiques | **techniques** | photothèque | lexique | livre | observations | actualité | partenaires | contactez nous | liens

■ Préparations préalables ----- ■

• Techniques de préparation préalable en science des matériaux •

[Carottage sous ultrasons](#)

[Meulage concave](#)

[Polissage chimique](#)

[Polissage électrolytique](#)

[Polissage mécanique](#)

[Sciage \(à disque ou à fil abrasif\)](#)

• Techniques communes de préparation préalable en science des matériaux et en biologie •

[Enrobage](#)

[Film support à trous](#)

[Film support continu](#)

[Substitution-imprégnation-enrobage à température ambiante](#)

[Substitution-imprégnation-enrobage en mode cryogénique](#)

[Technique du sandwich](#)

• Techniques de préparation préalable en biologie •

[Fixation chimique](#)

[Fixation physique : cryo-fixation](#)

■ Techniques de préparations ----- ■

• Techniques de préparation par amincissement chimique, électrolytique •

[Amincissement chimique en plein bain](#)

[Amincissement chimique par double jet](#)

[Amincissement électrolytique en plein bain](#)

[Amincissement électrolytique par double jet](#)

• Techniques de préparation par amincissement ionique •

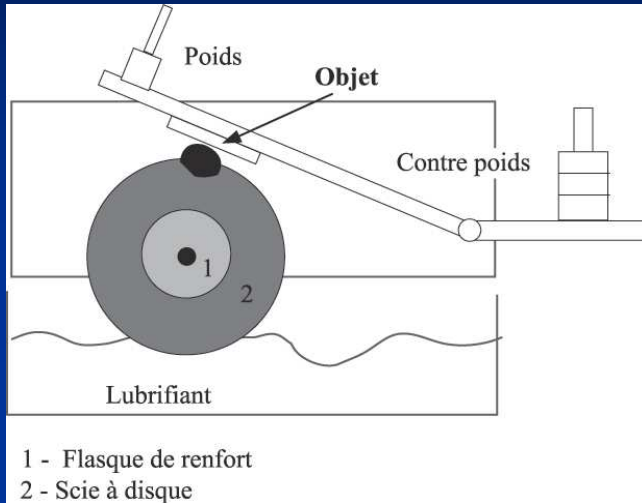
Accès directe aux fiches
résumées

Mise en forme de l'échantillon

- 1. Sciage
- 2. Carottage sous ultrasons
- 3. Polissage mécanique
- 4. Meulage concave « Dimpler »
- 5. Polissage électrolytique
- 6. Polissage chimique
- 7. Technique du Sandwich
- 8. Enrobage
- 9. Substitution-Imprégnation-Inclusion
- 10. Fixation chimique
- 11. Fixation physique : cryo-fixation
- 12. Films support continus
- 13. Films support à trous

1 . Sciage

Obtenir des lames < 100 microns



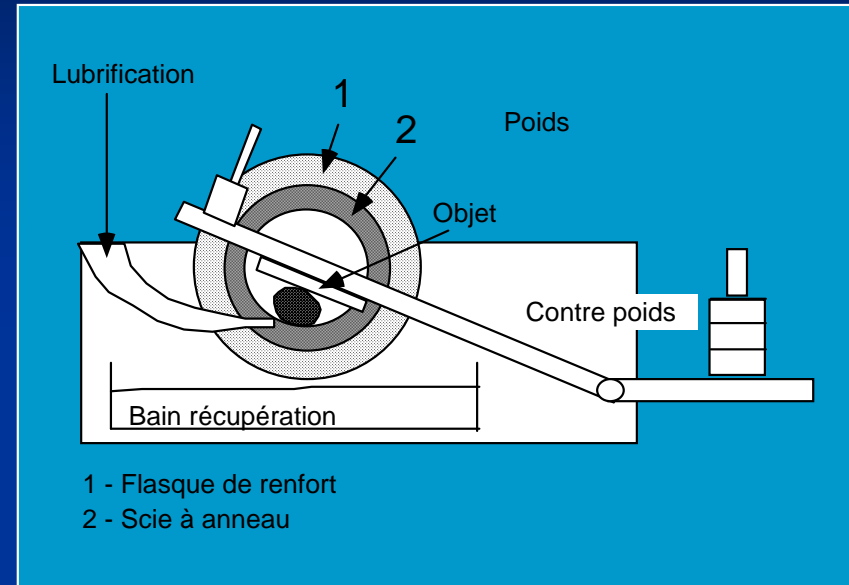
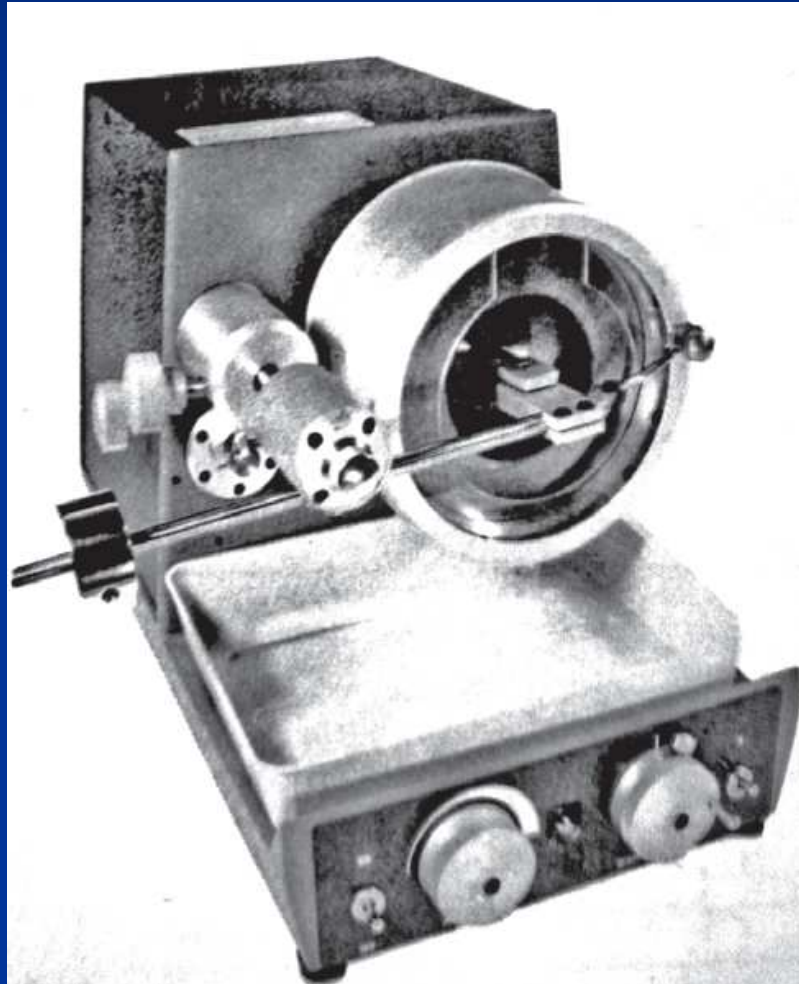
Scie à disque diamant :
Abrasif
Lubrifiant
Contre poids
Petite vitesse de coupe



Scie à disque résinoïde à mouvement hydraulique :
Vitesse d'avance
Lubrifiant
Vitesse de coupe rapide

→ Renforcement des échantillons

Scie annulaire



Scie à disque diamant :

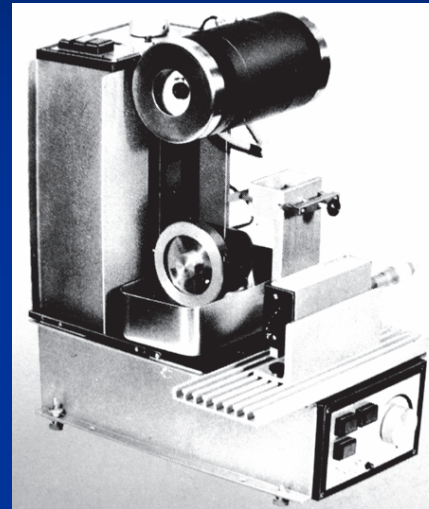
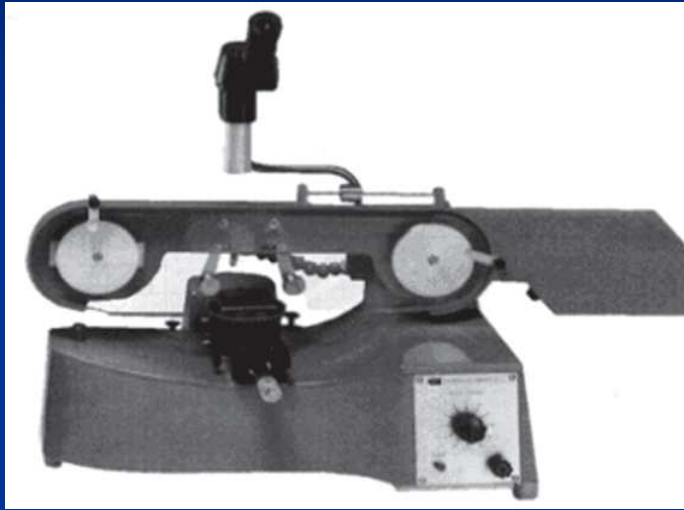
Abrasif

Lubrifiant

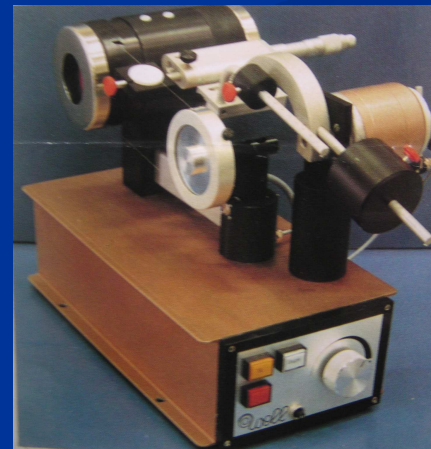
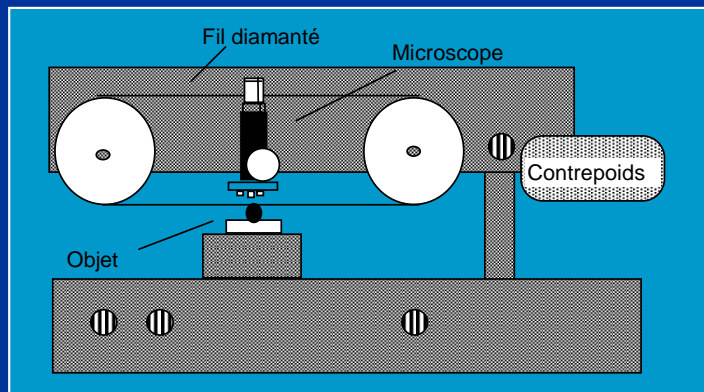
Contre poids

Petite vitesse de coupe

Scie à fil

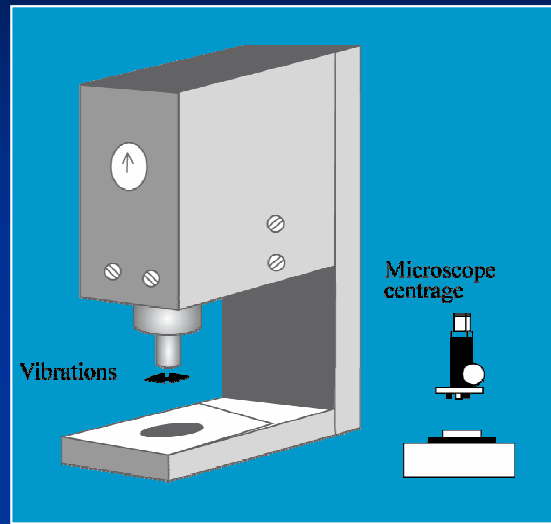
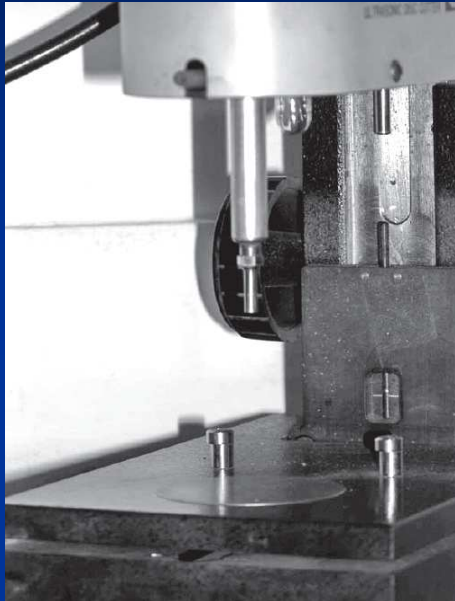


Fil avec abrasif :
Abrasif
Lubrifiant
Contrôle de force
Petite vitesse de coupe



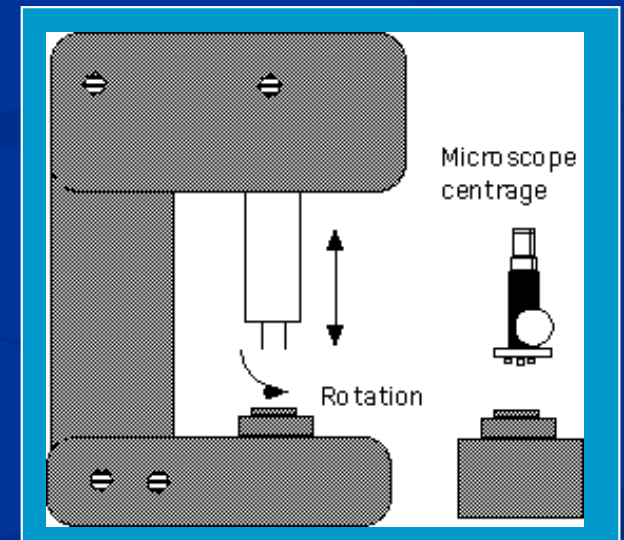
→ Scie électrolytique, scie à acide

2. Obtenir des lames de 3 mm avant amincissement final



Carottage à ultrason

Collage à chaud sur support lourd



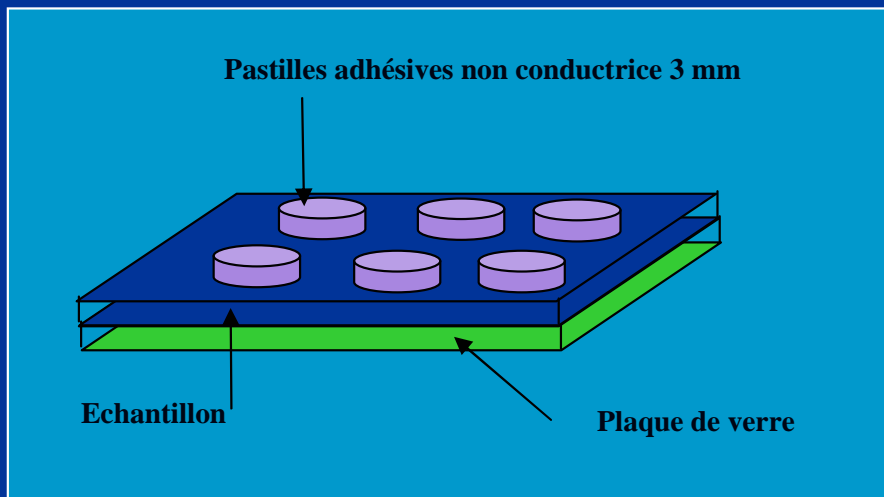
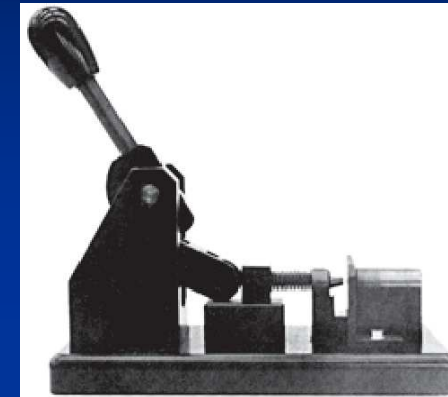
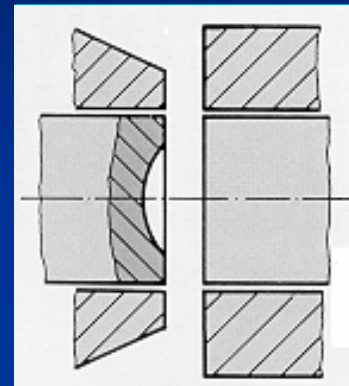
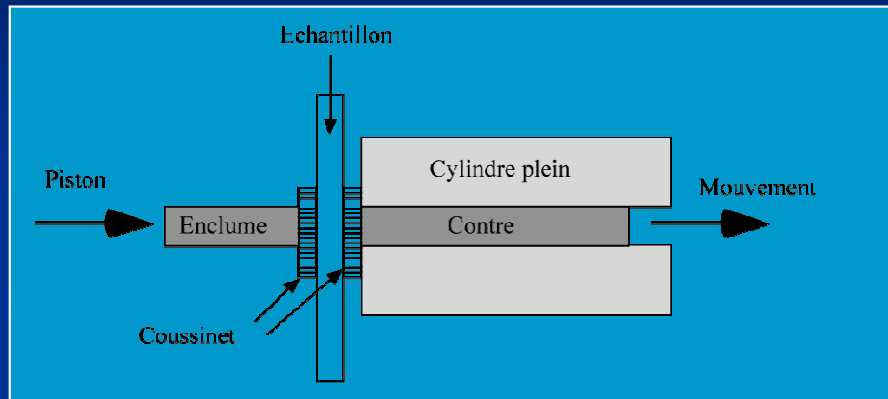
Carottage mécanique



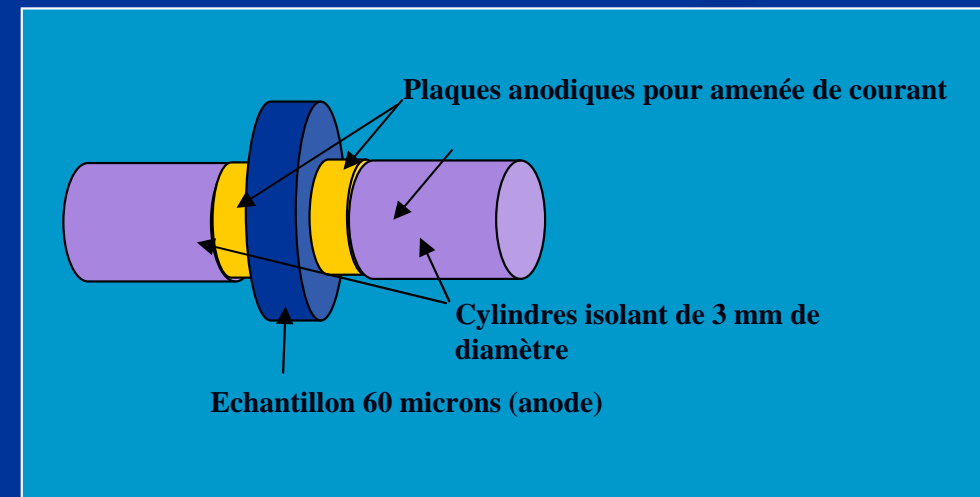
Amincissement à 80 microns ou meulage concave

2. Obtenir des lames de 3 mm avant amincissement final

Emporte pièce

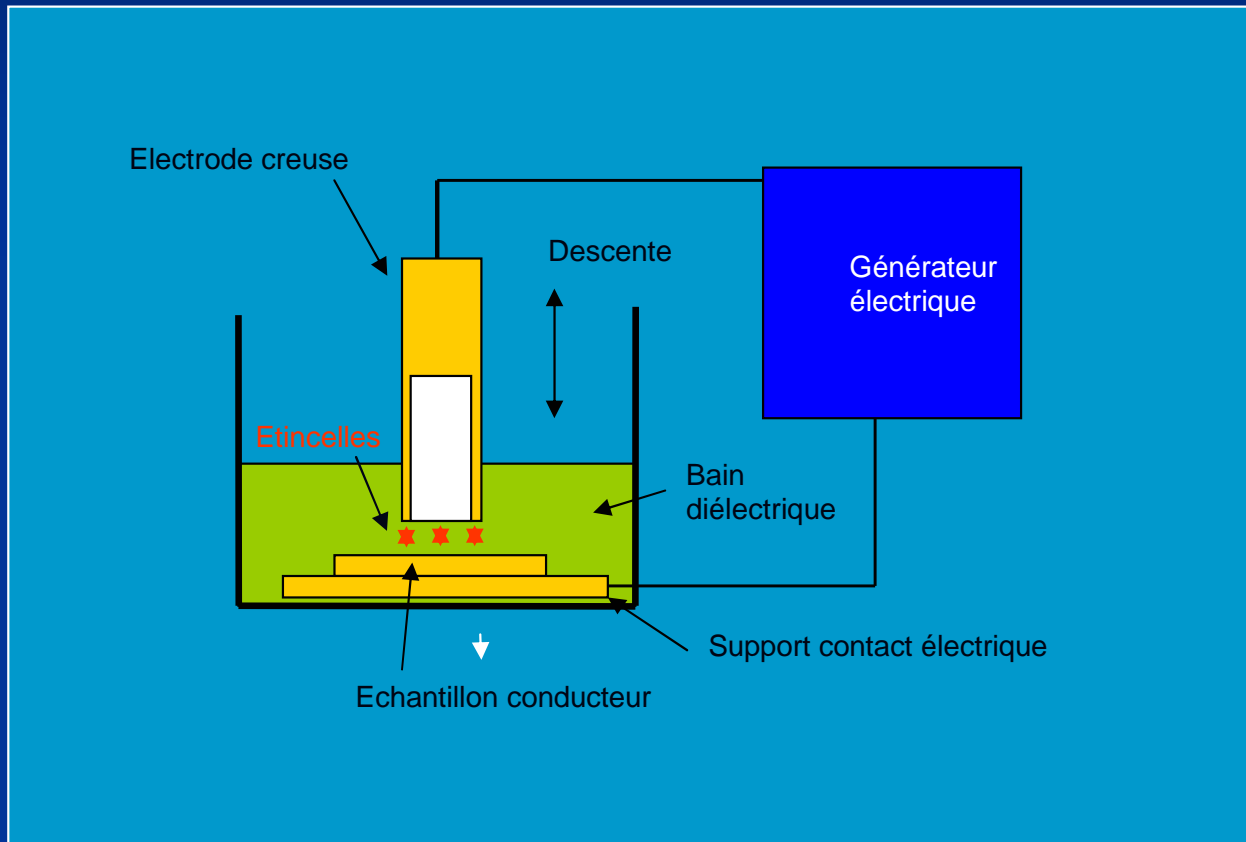


Dissolution chimique

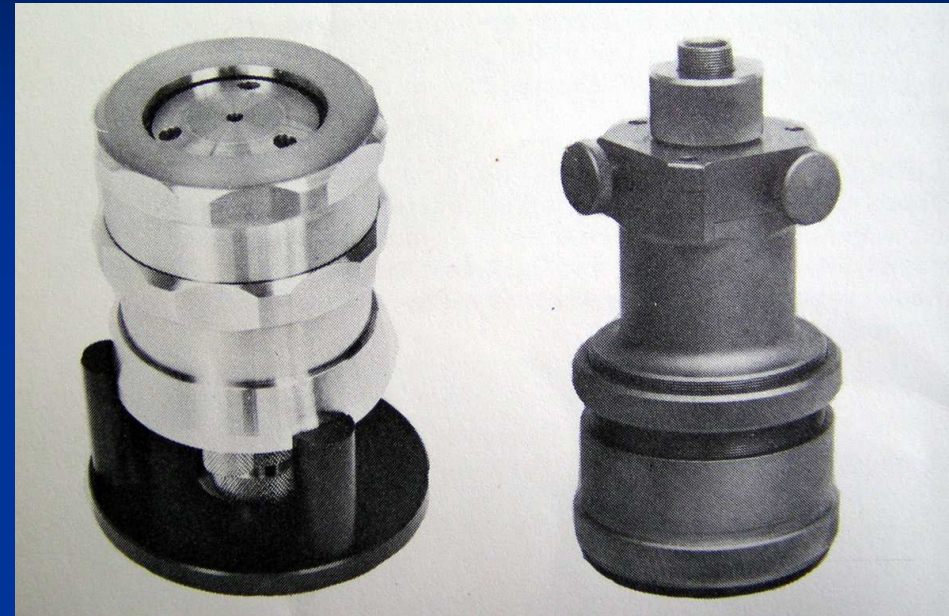
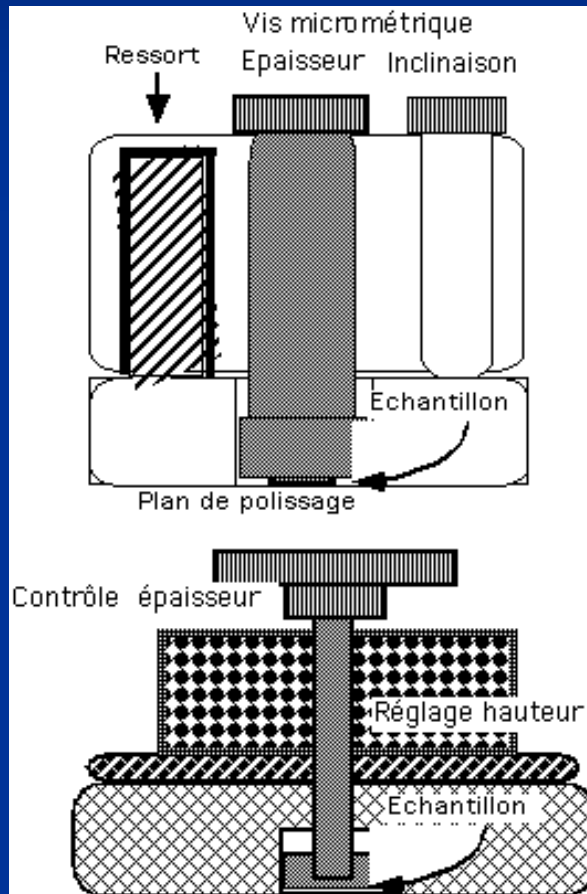


Dissolution électrochimique

Etincelage



3. Polissage mécanique

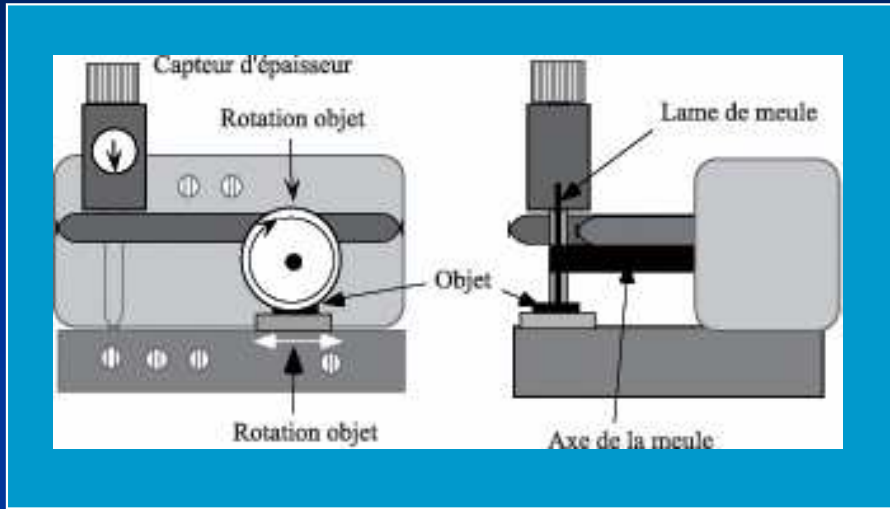


Amincissement

Minimiser les dégâts d'écrouissages

Faces parallèles

4. Meulage concave « Dimpler »



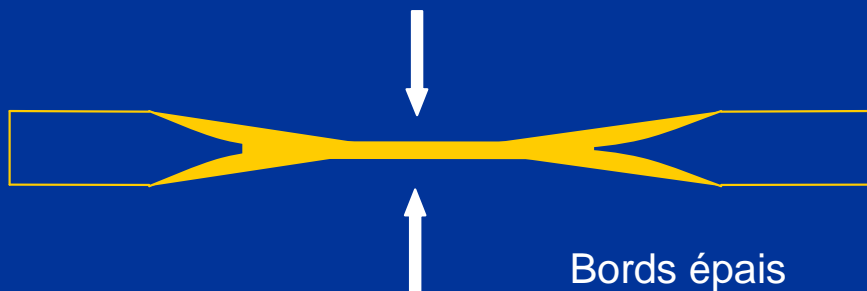
Préliminaire à l'amincissement final
pour les matériaux durs



Deux rotations perpendiculaires sur
échantillon de 3 mm et 80 microns

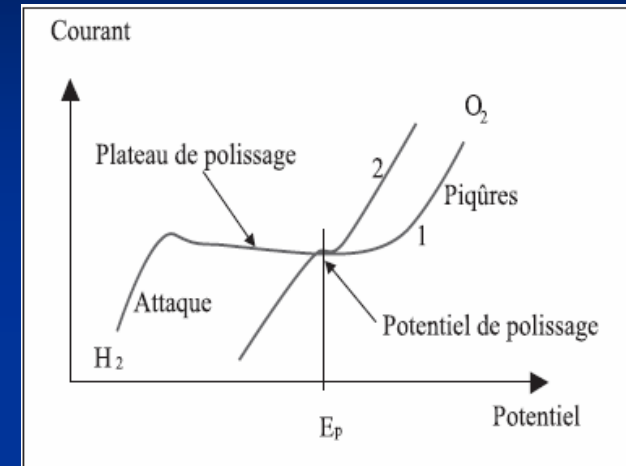
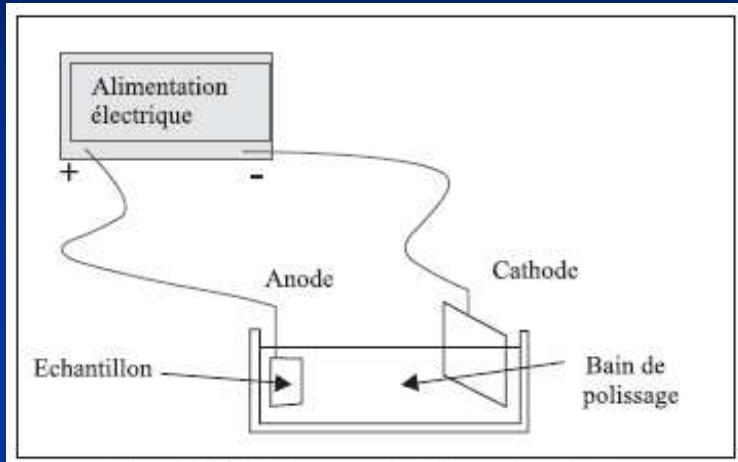
Avec retournement sur les deux faces

Epaisseur finale de 15 microns

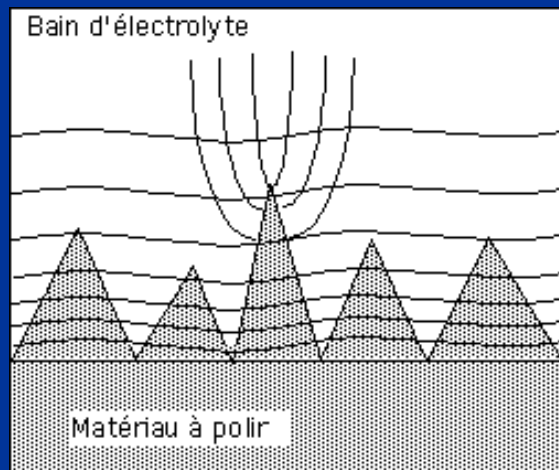


Epaisseur finale de la lame
jusqu'à 15 microns

5. Polissage électrochimique en plein bain pour lame amincie



Pour échantillon massif ou en lame pour réduire l'épaisseur ou déchausser des précipités



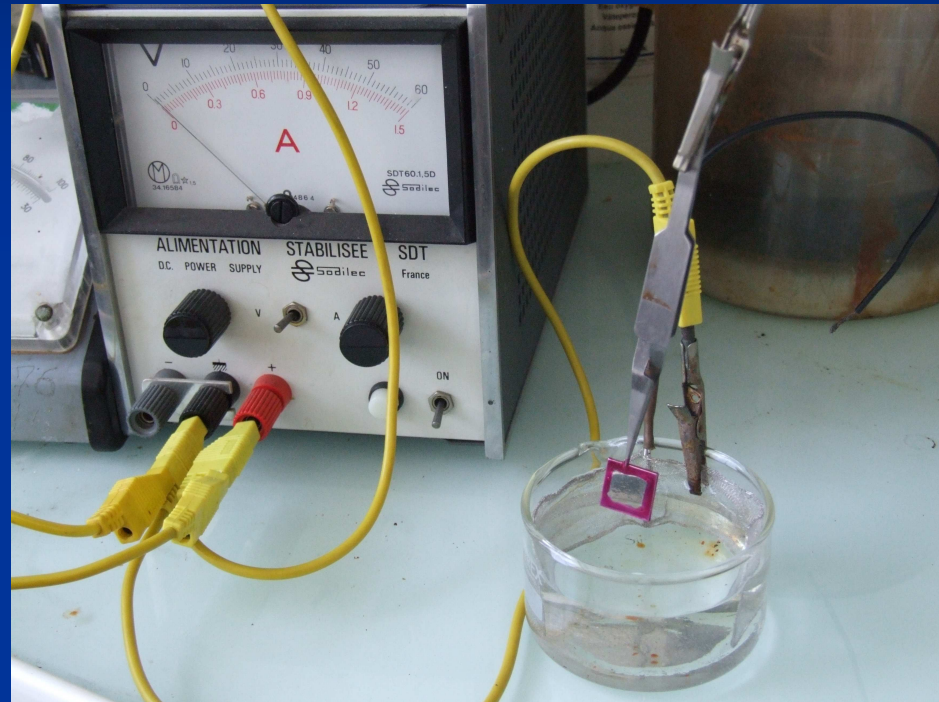
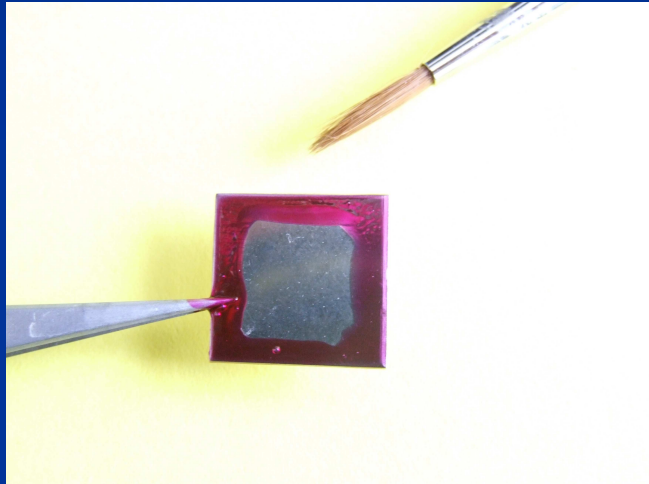
Couche de polissage visqueuse, gradient de concentration température.

Corps conducteurs (métaux, semi-conducteurs)

→ Trouver le bon bain, la température, le potentiel

→ Tracer une caractéristique courant/tension

Polissage électrochimique plein bain et diminution d'épaisseur



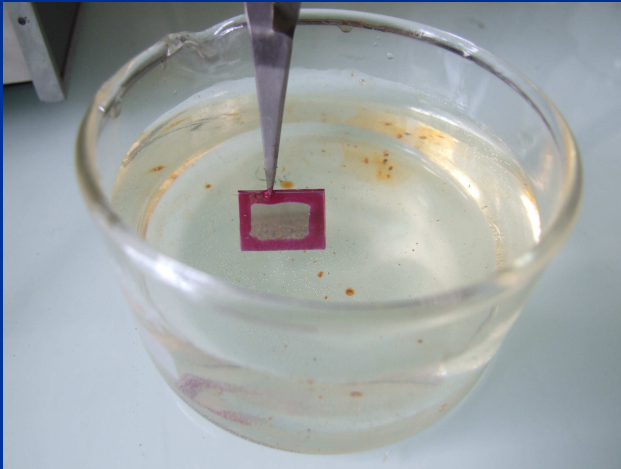
Cellule régulée en température ?

Choix du potentiel et de la solution électrolytique

Difficulté pour les matériaux multiphasés

→ Sources

6. Polissage chimique en plein bain



Equilibre naturel des charges électriques en surface

Potentiel d'équilibre

Electrochimie

Même pour les corps non conducteurs

Difficulté pour les matériaux multiphasés

La difficulté est de trouver le bain et la régulation en température

—————> Sources

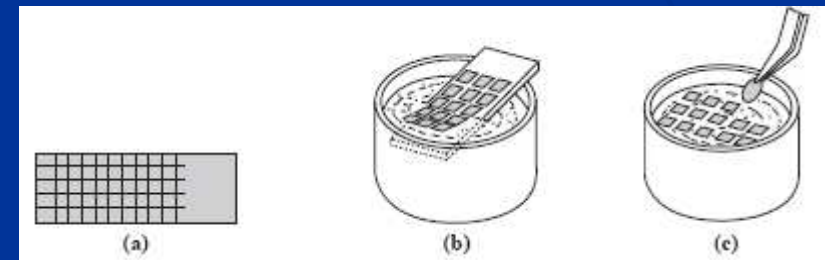
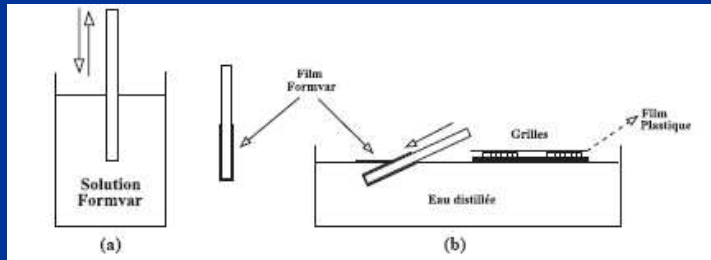
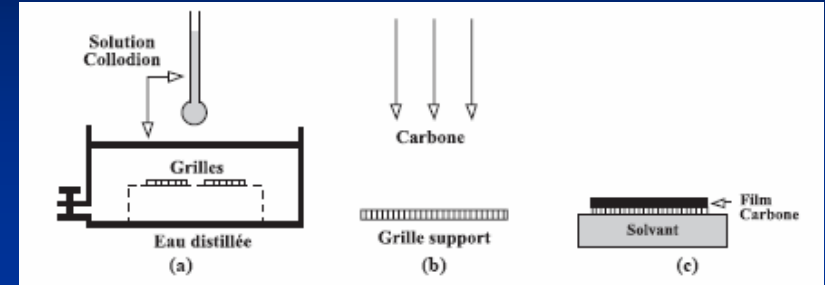
12. Films support continus

Cette préparation préalable consiste à réaliser un film ultramince sur une grille support de façon à soutenir les échantillons de petite taille, fragiles ou dispersés. Ce film continu doit satisfaire à quatre conditions :

- être transparent aux électrons
- supporter les effets du faisceau d'électrons (échauffement et irradiation)
- supporter mécaniquement le poids de l'échantillon
- ne pas introduire d'artéfacts dans l'image ou le diagramme de diffraction.

On fabrique pour cela des films amorphes avec des matériaux constitués d'éléments légers comme le carbone ou des composés organiques tels que le collodion, le formvar ou le triafof.

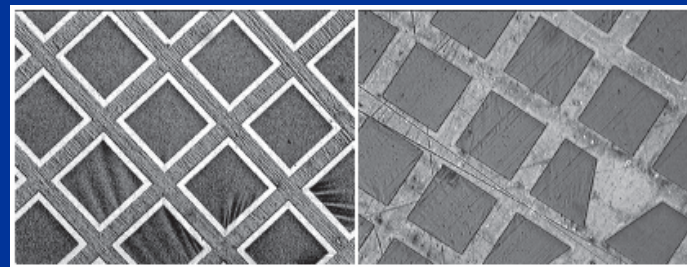
Collodion = nitro-cellulose dans l'acétate d'isoamyle ou de butyle



Carbone sur mica clivé

Film hydrophobe

Décharge électrique = ionisation

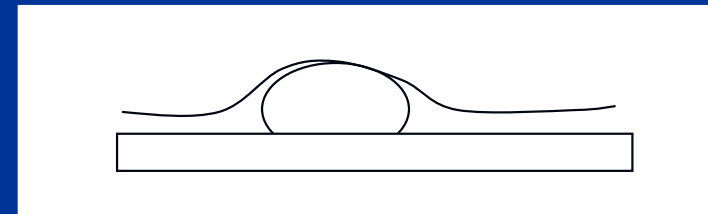
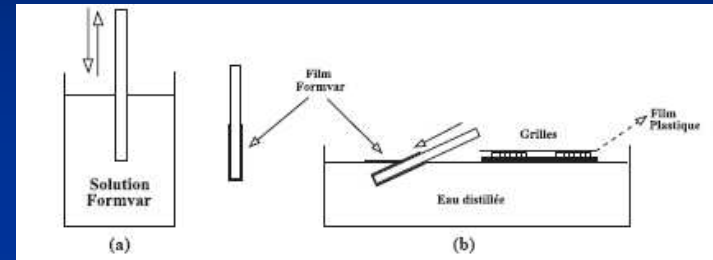
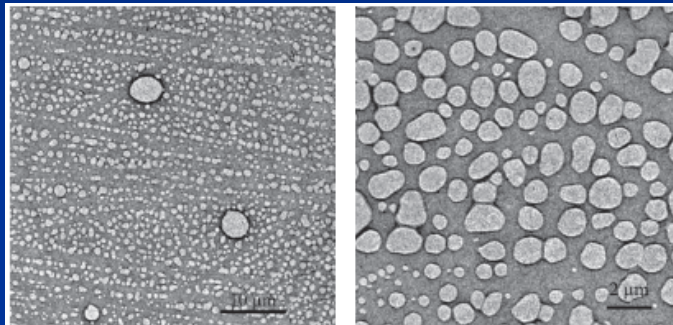


Fond continu

13. Films support à trous

Collodion, formvar, triafol

Observation des particules débordant dans les trous pour éviter de voir le support en microscopie à haute résolution

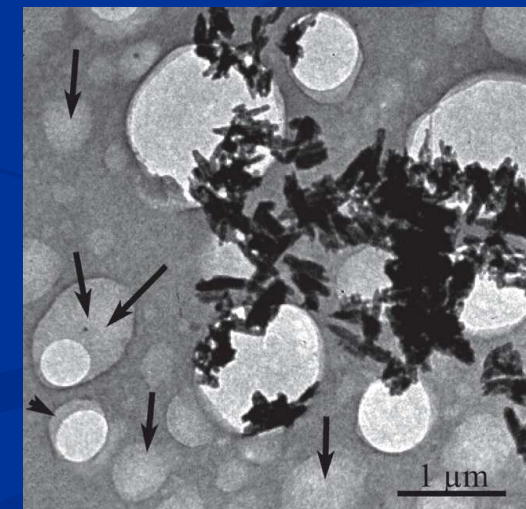


Glycérol (dissolution dans l'eau)

ou point de rosée (gouttelettes d'eau)

Evaporation de carbone

Observation des particules débordant dans les trous pour éviter de voir le support en microscopie à haute résolution



TECHNIQUES DE PRÉPARATION PAR AMINCISSEMENT

pour rendre les échantillons transparents aux électrons

- 1. Electrolytique par double jet
- 2. Electrolytique en plein bain
- 3. Chimique par double jet
- 4. Chimique en plein bain
- 5. Bombardement ionique
- 6. Faisceau d'ions focalisés (FIB)

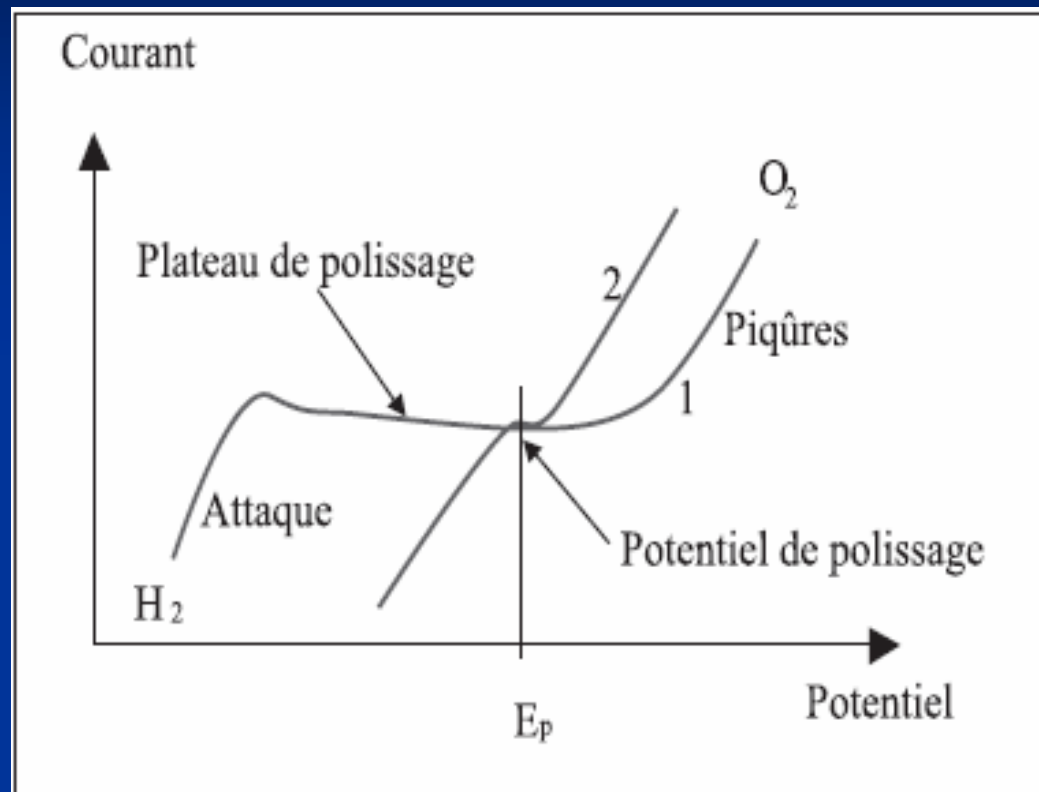
1. Amincissement électrolytique par double jet

Diamètre 3 mm

Epaisseur de base 100 microns



Pour échantillon mince

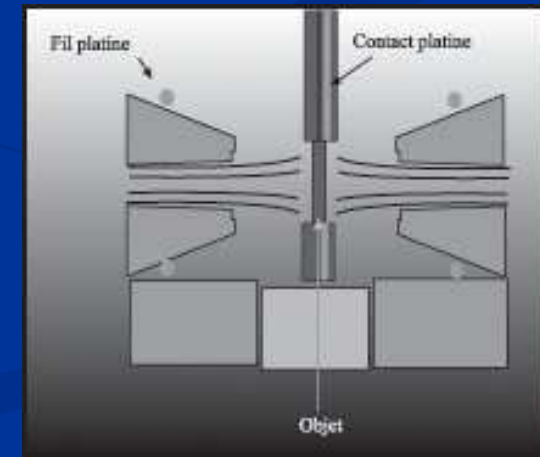
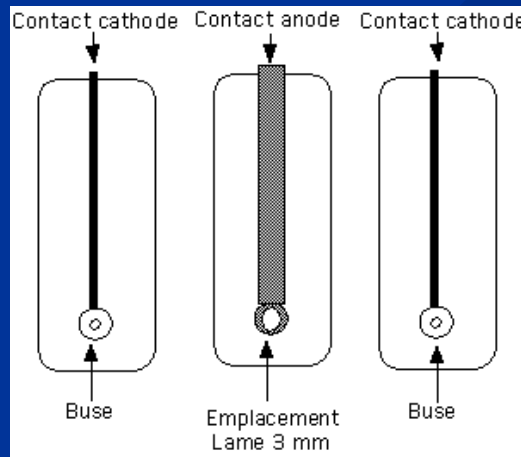
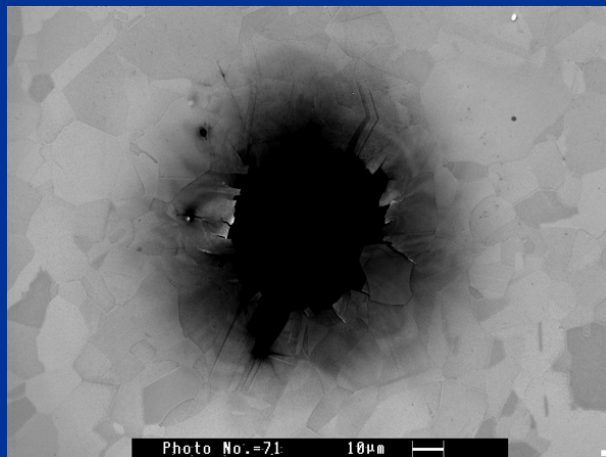
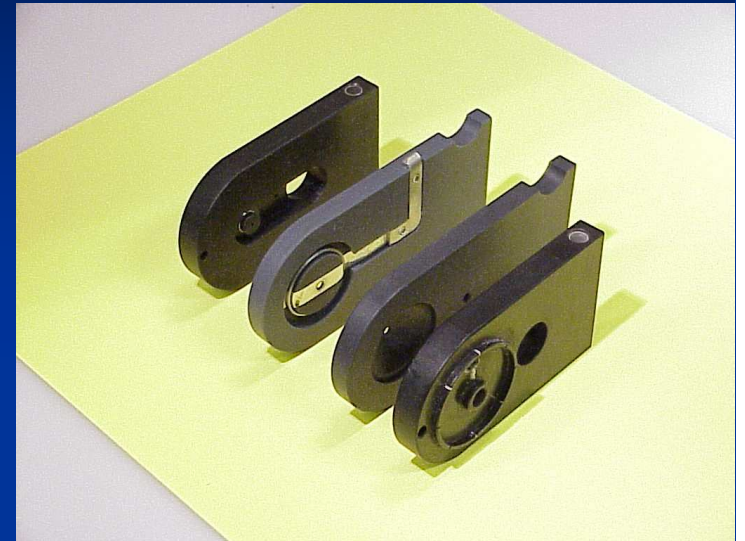
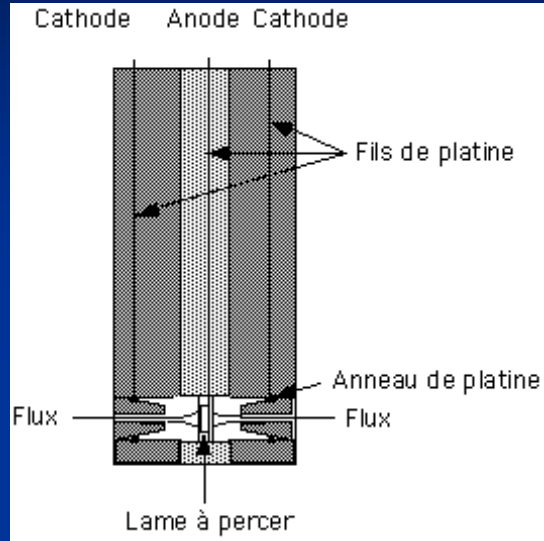
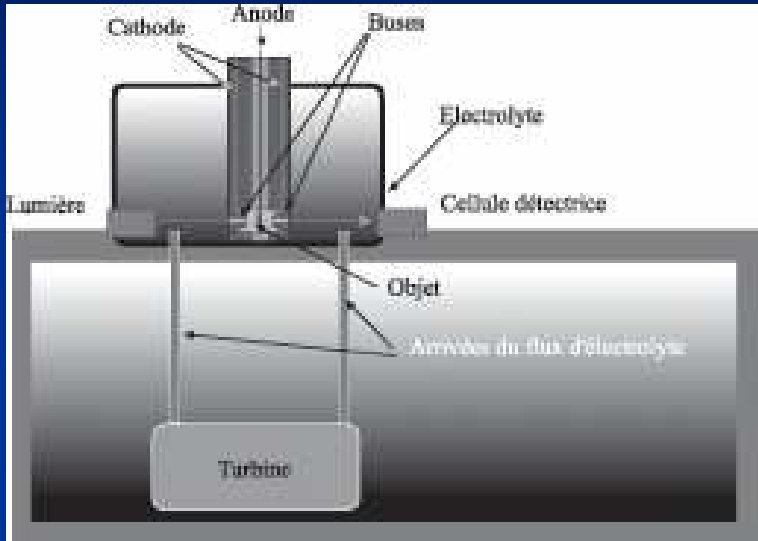


Solution

Température

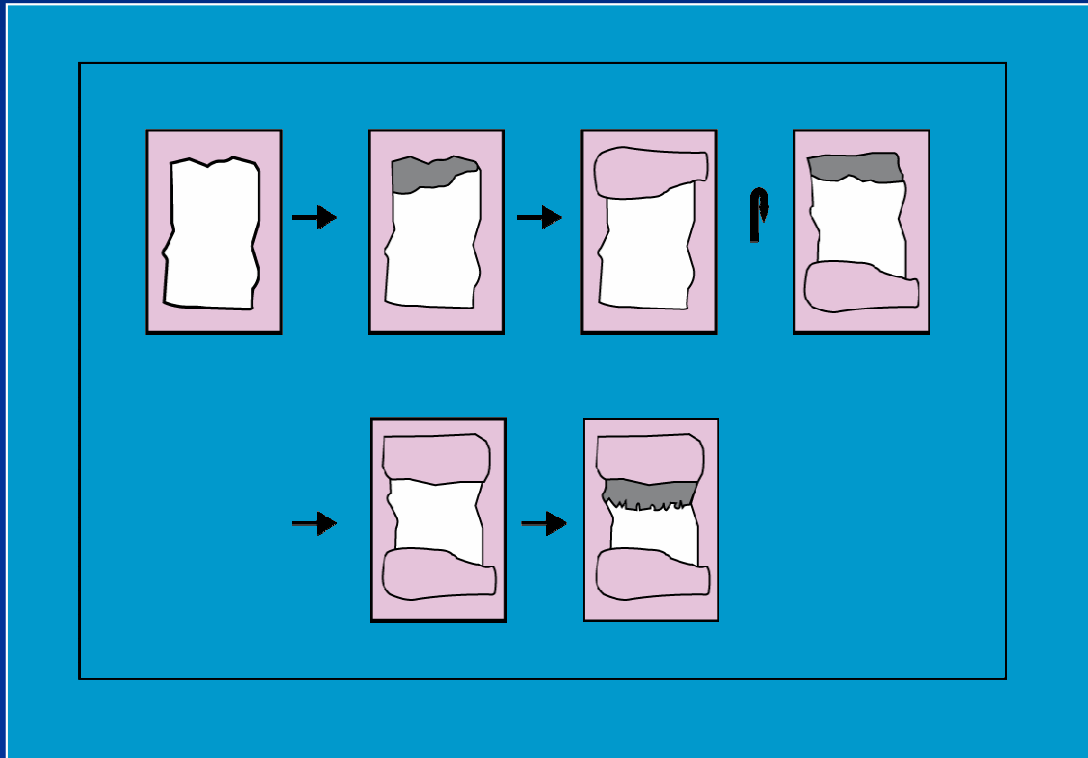
→ Sources

Cellule à double jet



2. Amincissement électrolytique en plein bain

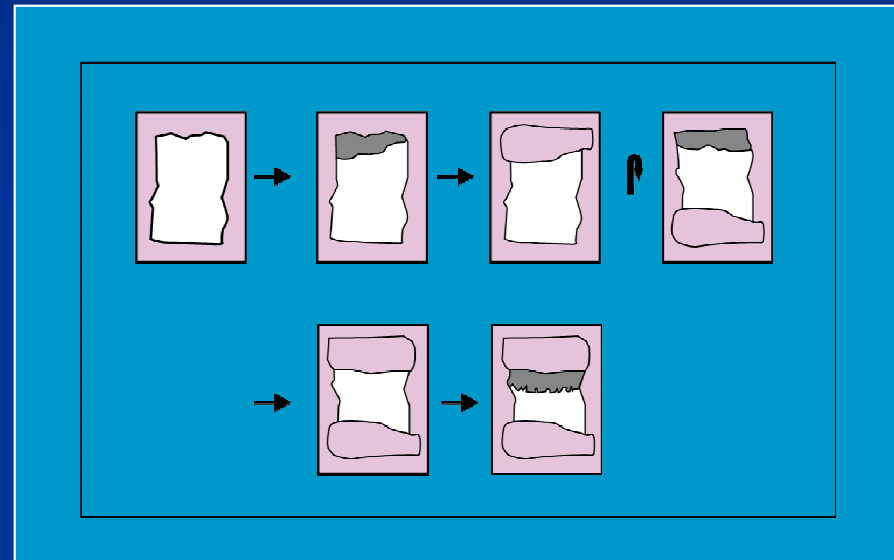
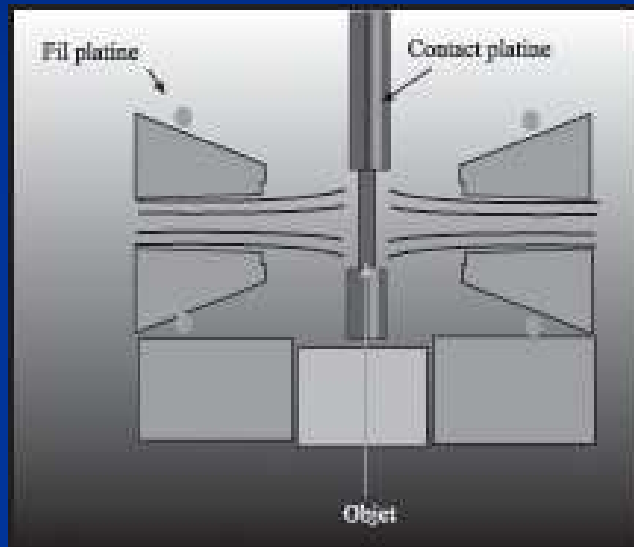
Bordures protégées au vernis



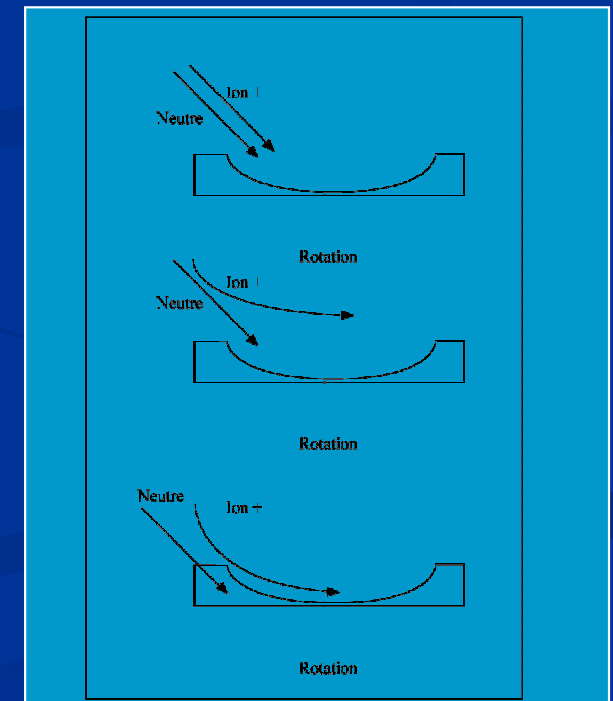
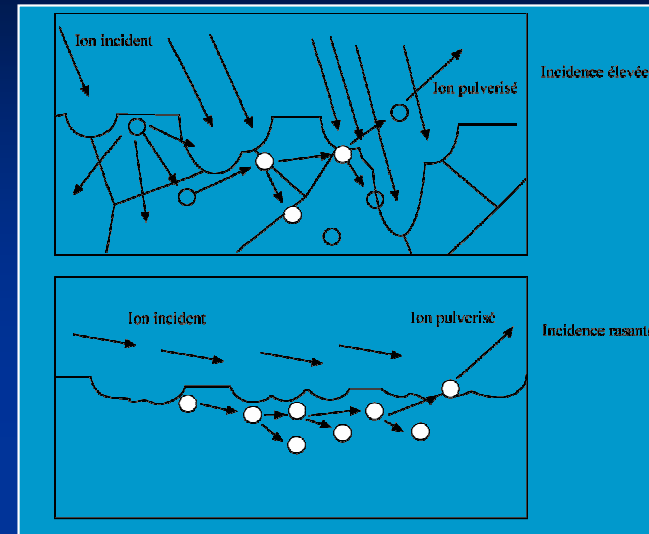
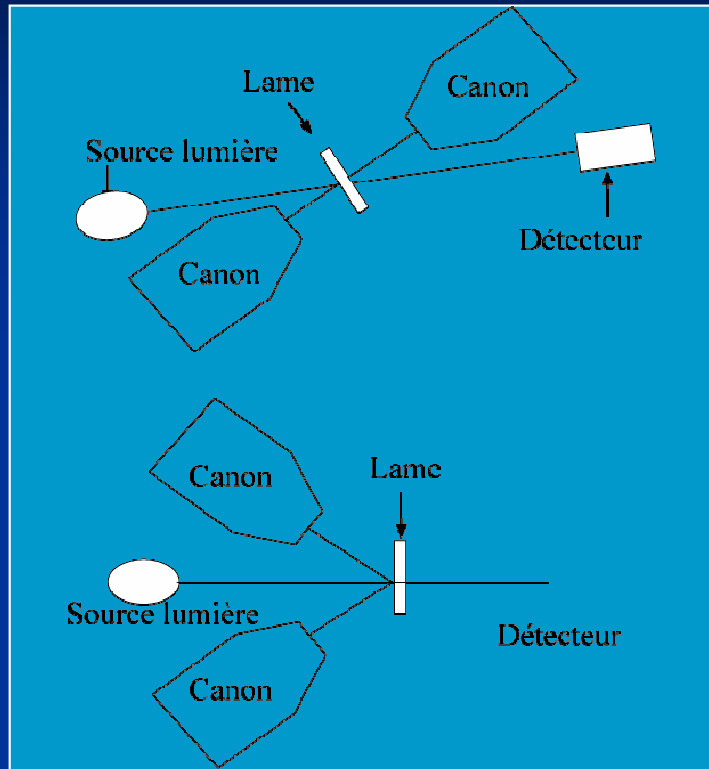
Préparation directe d'une lame
mince sans mettre au format 3 mm

Prélèvement direct ou dans la solution

3. Chimique par double jet
4. Chimique en plein bain



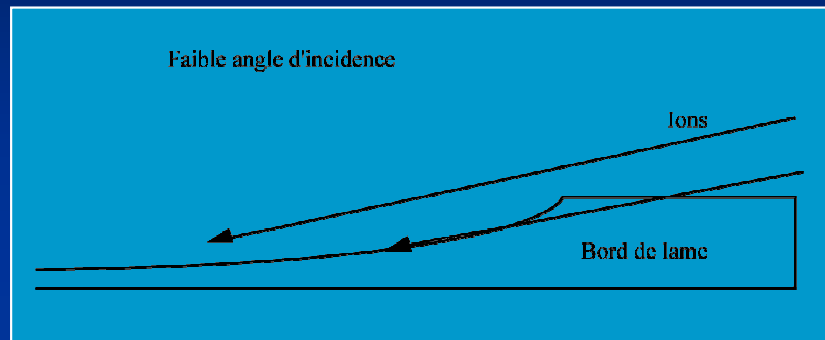
5. Bombardement ionique



➔ Renforcement des échantillons

Géométrie du polissage ionique

Préamincissement au Dimpler

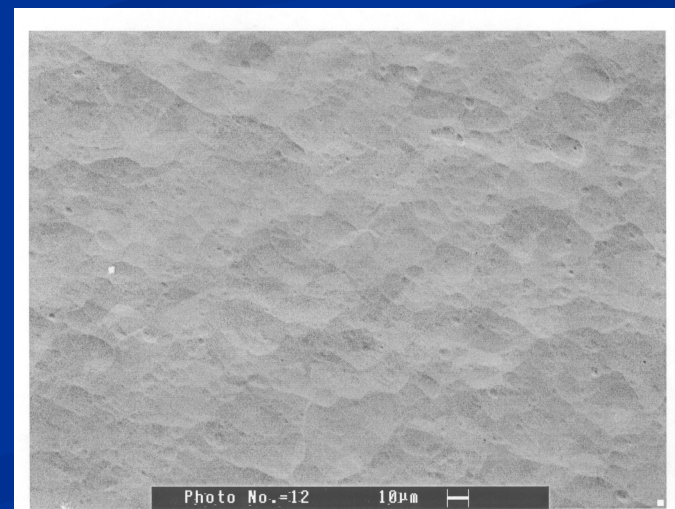
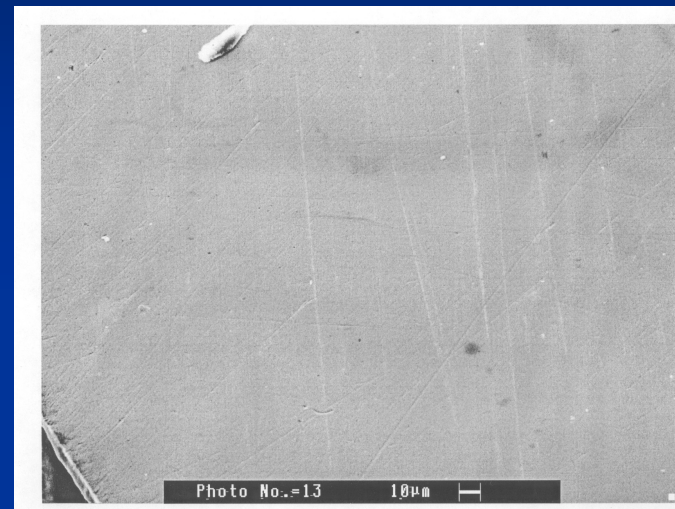


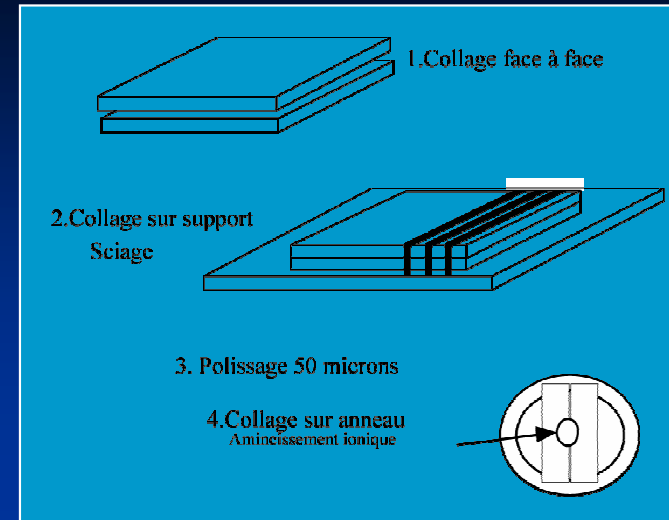
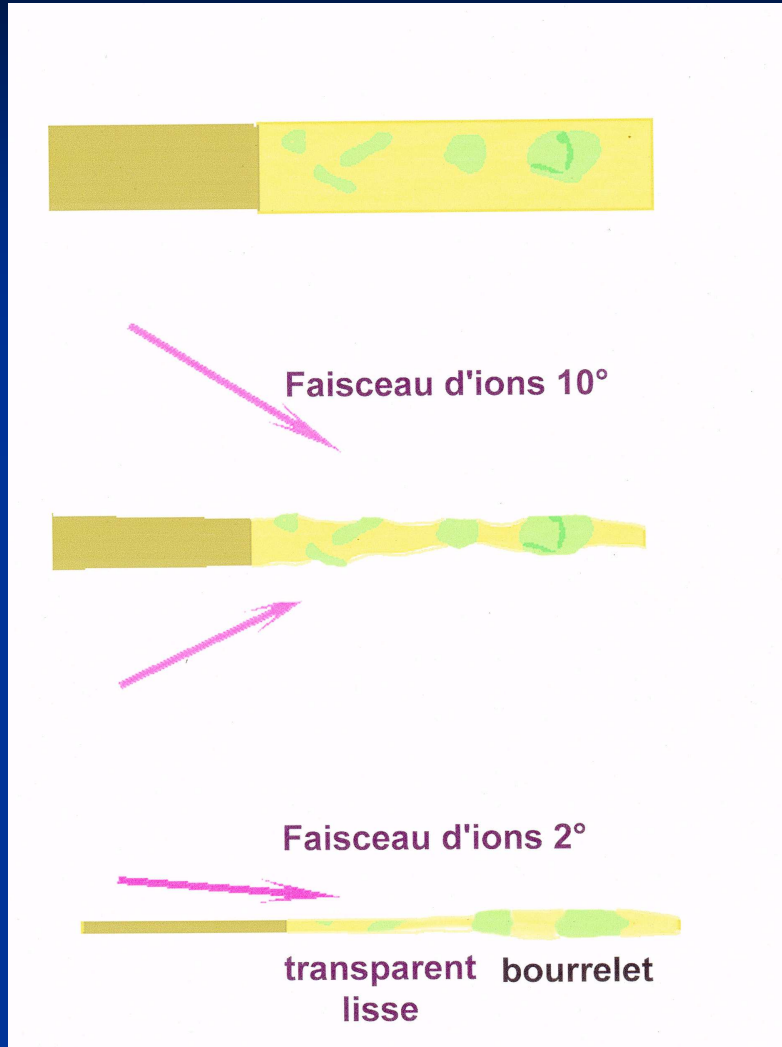
Avant bombardement

Après bombardement à 10°

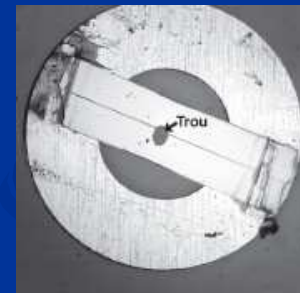
Terminer en polissage chimique ou électrochimique

Acier inoxydable





Préparation en sandwichs



Travail en secteurs

Terminaison à faible inclinaison pour les matériaux polyphasés



TECHNIQUES DE PRÉPARATION MÉCANIQUE

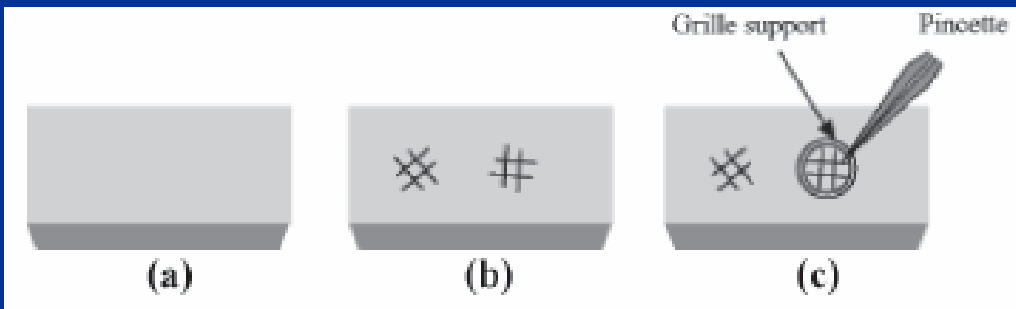
- 1. Broyage
- 2. Coin clivé
- 3. Tripode
- 4. Ultramicrotomie
- 5. Cryo-ultramicrotomie

1. Broyage



Dispersion, micropipette, membrane continue ou à trous

2. Grattage



Prélèvement

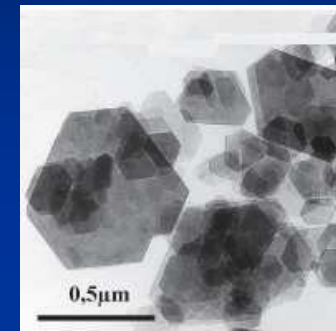
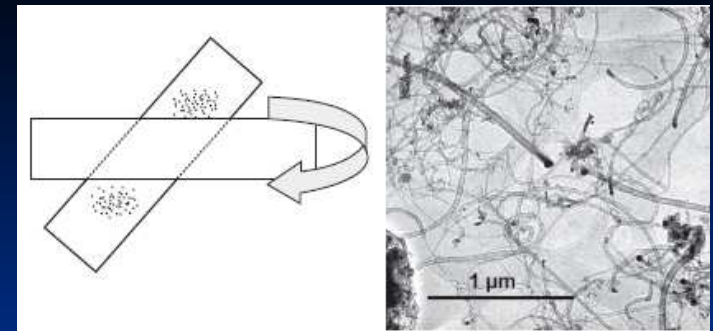


Figure 11. Particules d'argile de type « Kaolinite » obtenues par broyage dans un mortier en agate sous eau et déposées sur un film continu. Les plaquettes ont une forme hexagonale.
H. Paquet EOSI Strasbourg.

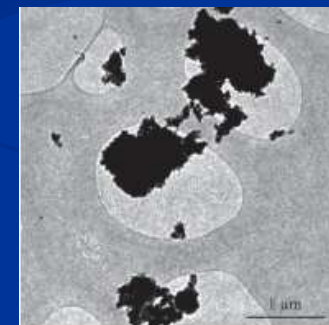


Figure 7. Image TEM en champ clair de particules d'un catalyseur obtenu par broyage dans un mortier en agate, dispersé aux ultrasons dans de l'eau distillée et déposé sur un film à trous. Le matériau est accroché sur les bords des trous.
G. Ehret, IPCMS, Strasbourg.

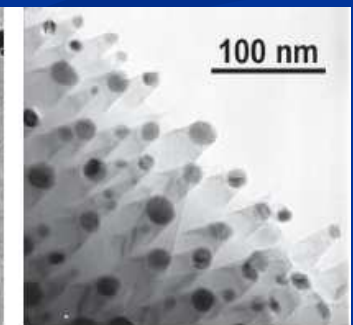


Figure 8. Nanopoints d'oxynitride de carbone obtenues par CVD sur un monocristal de silicium. Variante de la technique du grattage : le matériau est recueilli sur un film à trous. L'orientation des nanopoints est préservée.
C.S. Cojocaru IPCMS, Strasbourg.

3. Tripode



Figure 7. Échantillon collé sur le support en verre.



Figure 10. Polissage, en spirale, de l'extérieur à l'intérieur du disque diamanté, ou l'inverse.

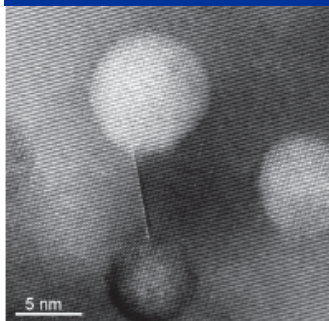
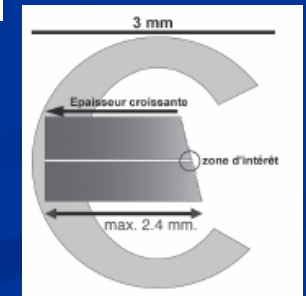
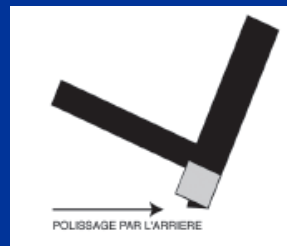
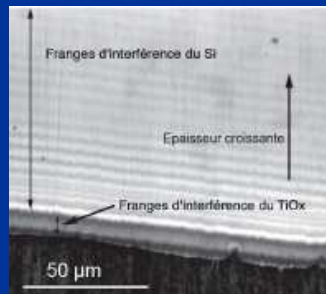


Figure 35. Image HRTEM du même échantillon.
J. Werckmann, IPCMS, Strasbourg.



Figure 33. Échantillon de silicium avec implantation de He (cavités) sous la surface. Image TEM en champ clair.
J. Werckmann, IPCMS, Strasbourg.



Figure 13. Abrasion au papier diamanté 1 µm. La ligne de colle du sandwich de...

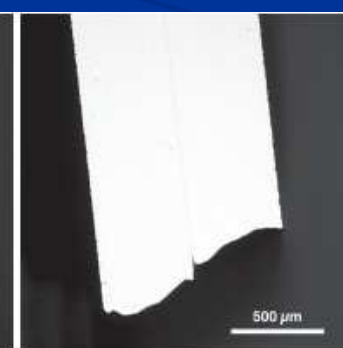
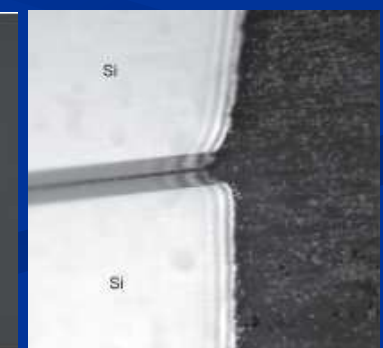
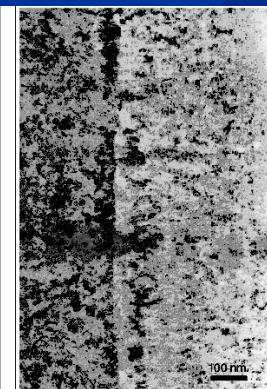
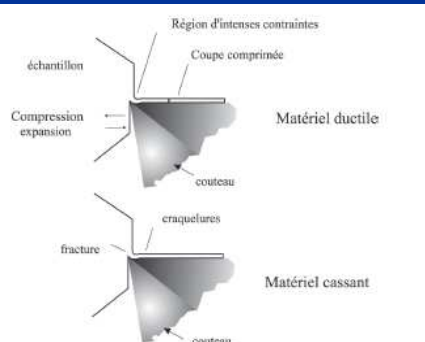
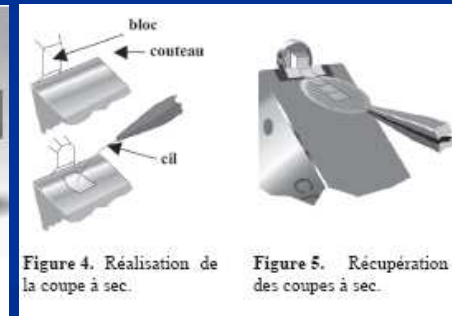
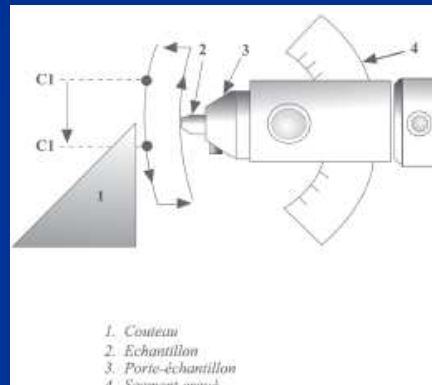
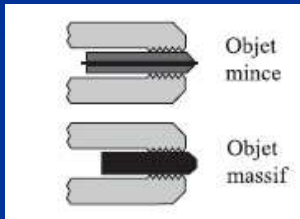
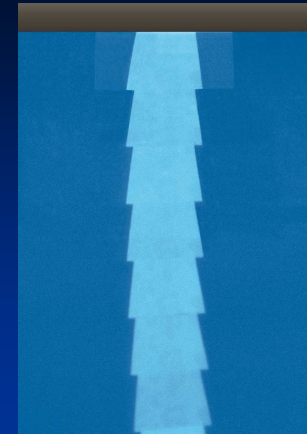
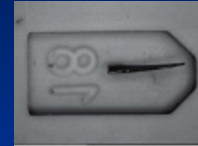
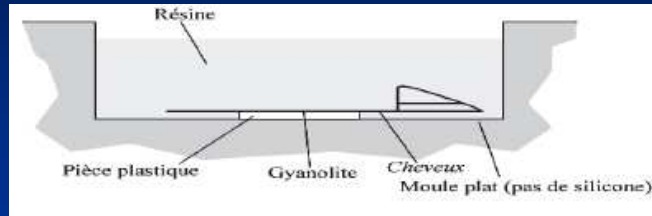
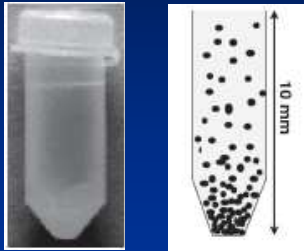


Figure 14. Abrasion au papier diamanté 0,5 µm.

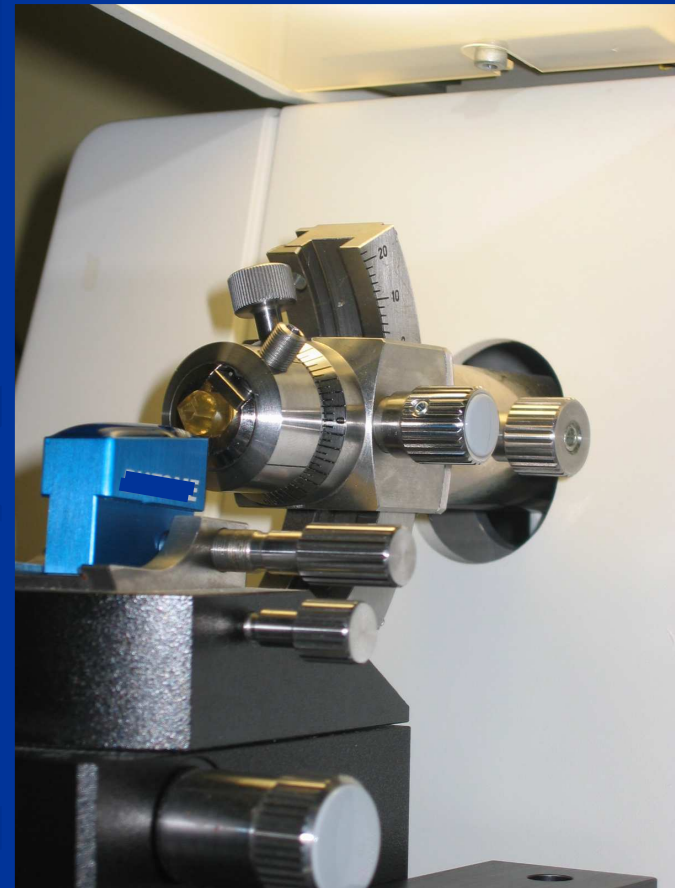
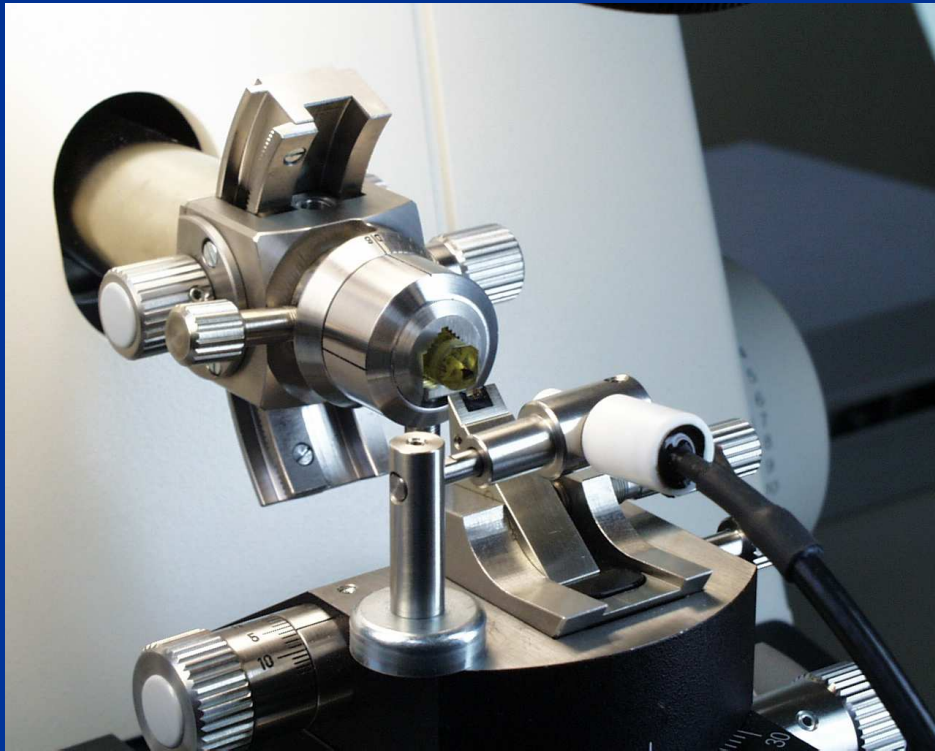


4. Ultramicrotomie



—————> Cryo-ultramicrotomie

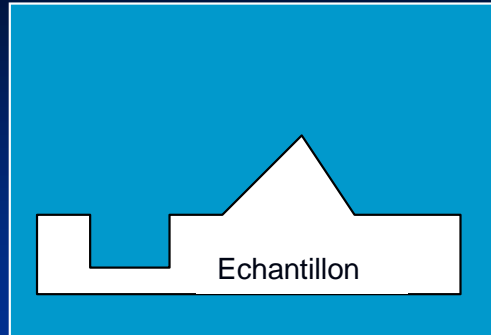
Ultramicrotome



TECHNIQUES DES RÉPLIQUES

- 1. Réplique directe
- 2. Réplique indirecte
- 3. Réplique extractive
- 4. Cryo-fracture

1. Réplique directe



Topographie

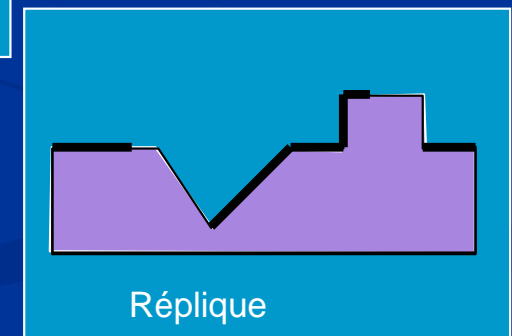
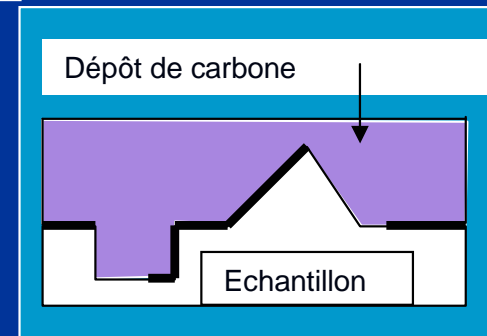
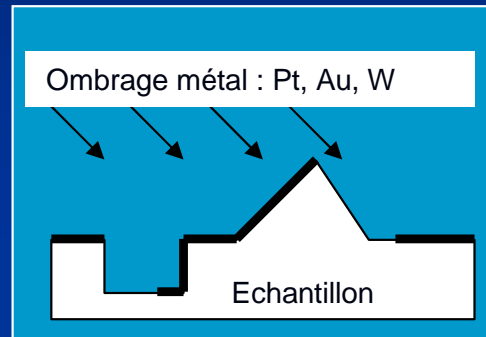
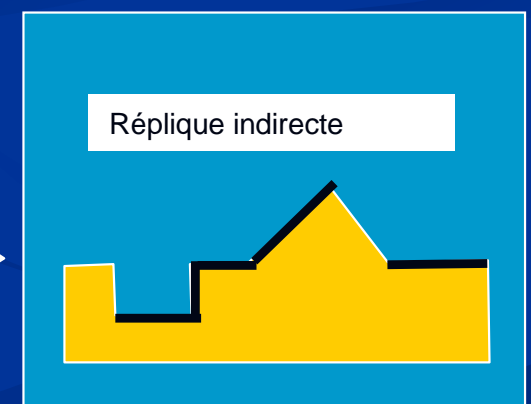
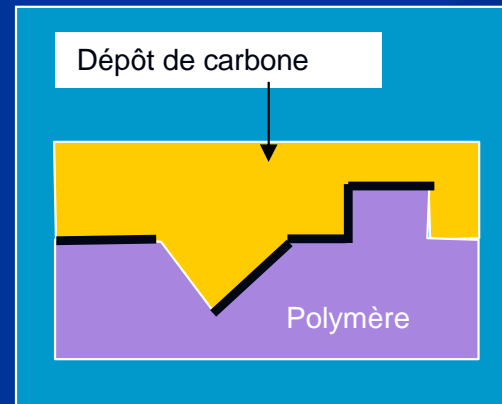
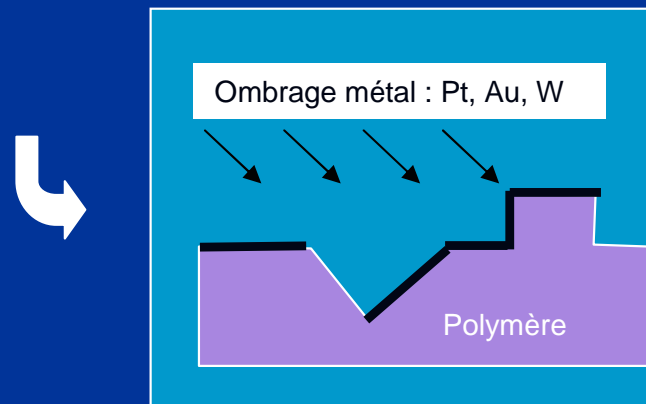
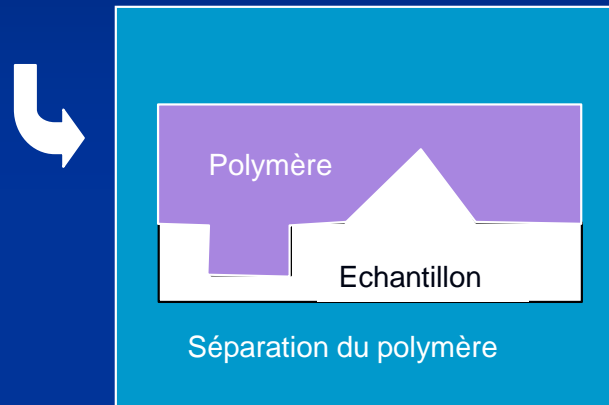
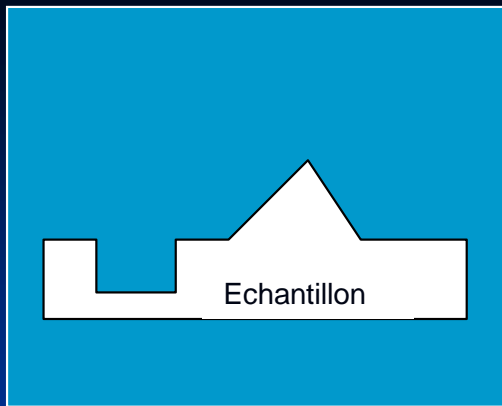


Figure 2. Réplique d'un cristal d'alumine enchâssé dans une phase vitreuse. Réplique directe avec ombrage au platine.
P. Peter EOST Strasbourg.

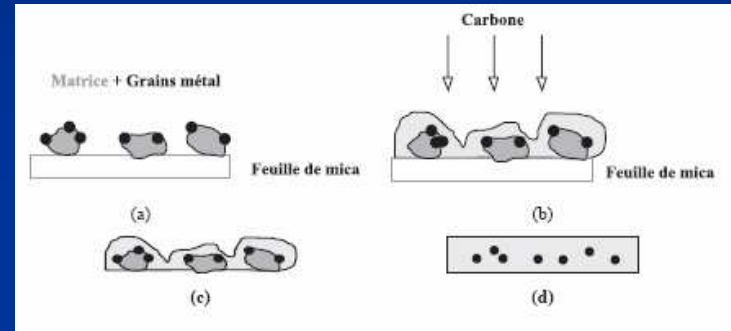
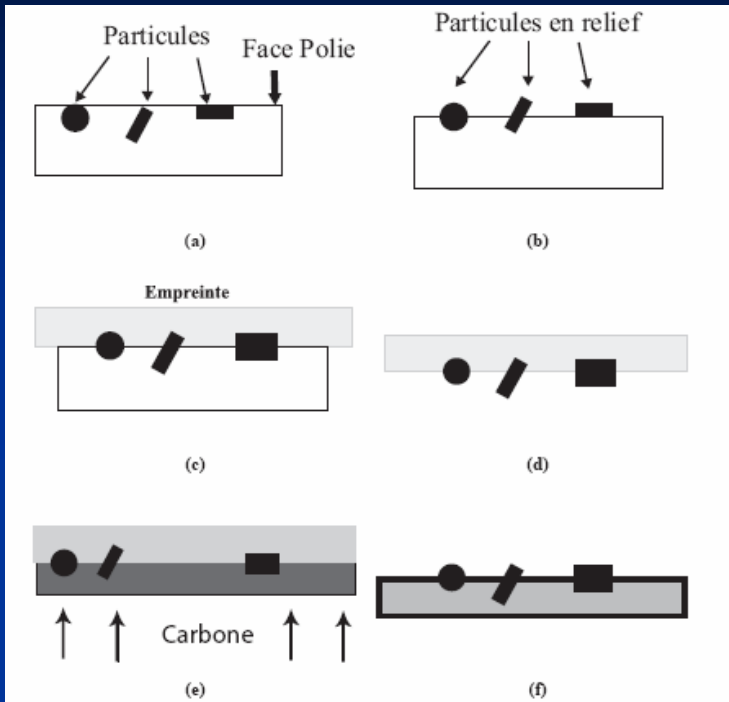
2. Réplique indirecte

Topographie



3. Réplique extractive

Attaque chimique, électrochimique ou ionique
 Film polymère ou carbone, scarification
 Dissolution de la matrice , récupération



Catalyseur

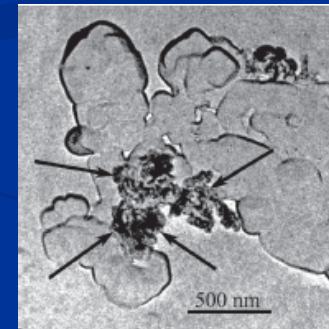
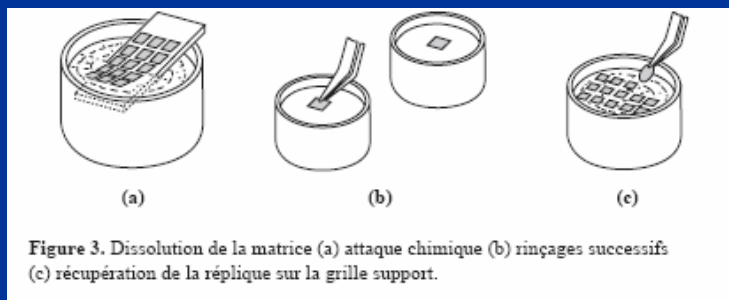


Figure 6. Réplique extractive sur un matériau divisé: catalyseur Pt sur alumine. Le grain d'alumine est entièrement dissous, il ne subsiste que le film de carbone avec au centre les particules métalliques du catalyseur indiquées par des flèches. G. Ehret IPCMS Strasbourg.

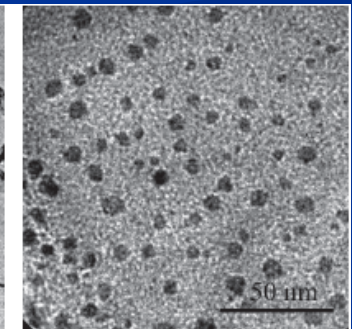


Figure 7. Image à plus fort grandissement de la même zone de la réplique. On voit très nettement les particules métalliques du catalyseur bien dispersées et homogènes en taille. G. Ehret IPCMS Strasbourg.

TECHNIQUES SPÉCIFIQUES AUX MATERIAUX DIVISES

- 1. Dispersion de matériaux divisés
- 2. Film de suspension congelée

1. Dispersion de matériaux divisés

Grille à membrane ou membrane à trous

Dispersion en solution

Dispersion à sec

Film de Langmuir

Dispersion par aérosol

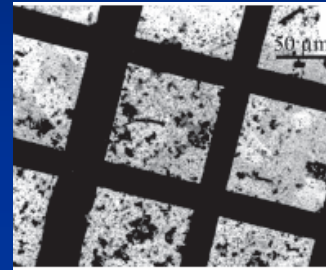


Figure 7. Fibres d'amiante dispersées sur un film de carbone. Image TEM à très faible grandissement montrant une répartition homogène. La maille de la grille support mesure 100 μm.
G. Ehret IPCMS Strasbourg

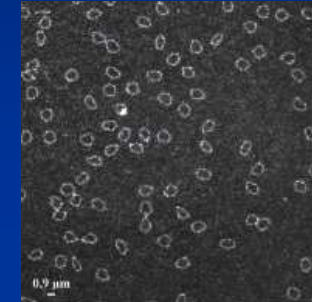


Figure 13. Image en fond noir de minicercles d'ADN déposés par la méthode Dubochet.
E. Le Cam, CNRS-UMR 8126-IGR, Villejuif.

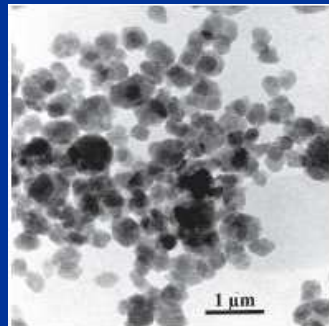
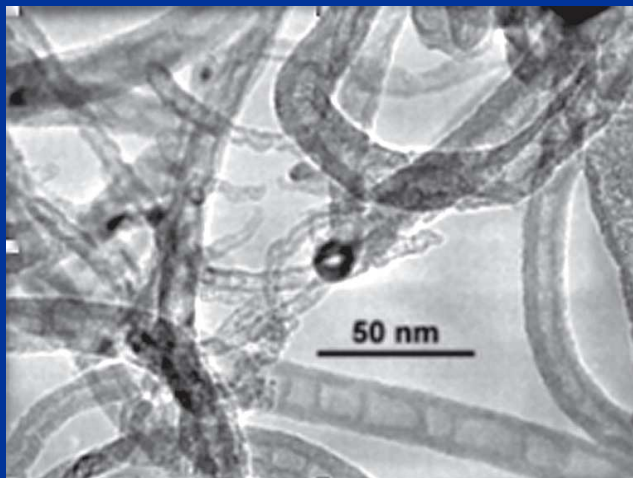


Figure 1. Argile type Illite. Dispersion des particules dans de l'eau distillée sous ultrasons et dépôt sur un film continu. La concentration trop importante crée des agrégats et gêne l'observation.
J. Duplay EOST Strasbourg.

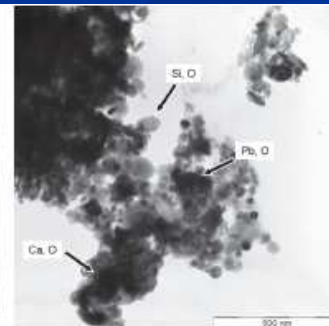
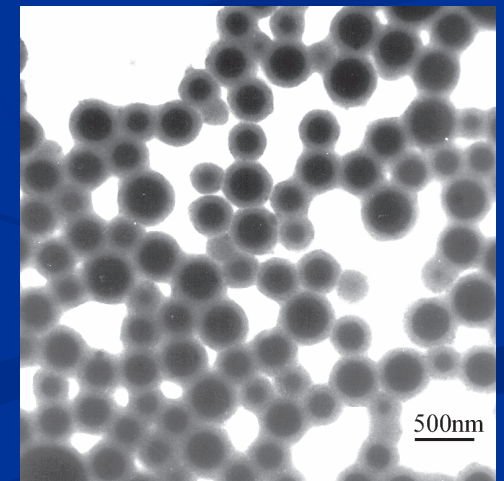
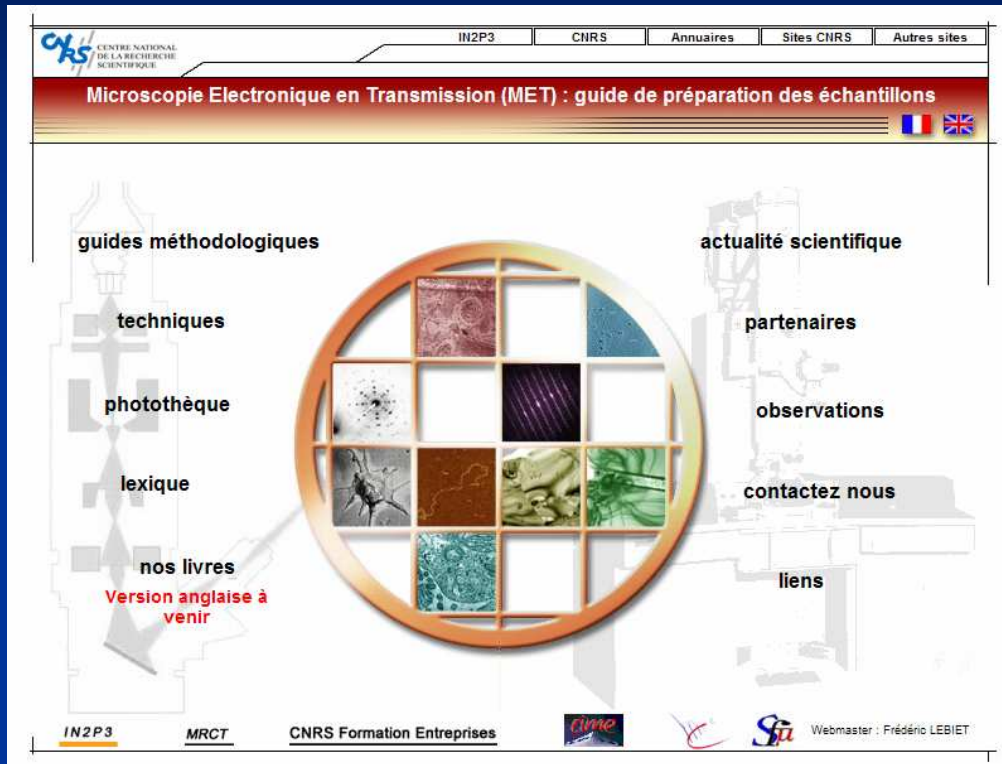
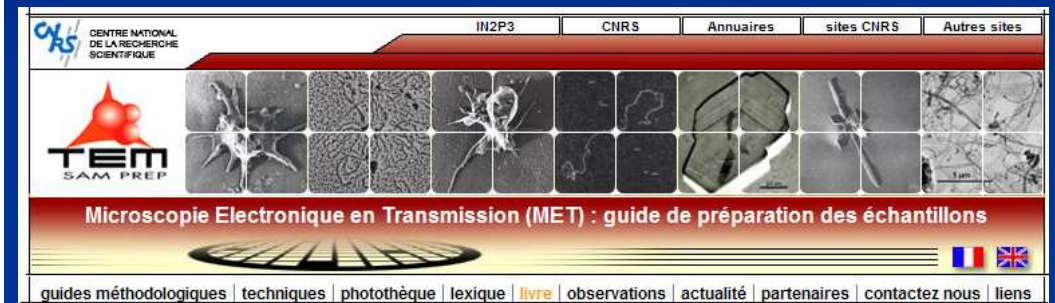


Figure 2. image TEM de grains de poussière recueillis sur un filtre et lavé à l'eau. L'analyse EDS est possible malgré l'aggrégation des particules.
J. Boumendil Université Claude Bernard-Lyon 1.



TECHNIQUES D'AUGMENTATION DE CONTRASTE ET DE MARQUAGE

- 1. Décoration-Ombfrage
- 2. Contraste « coloration négative »
- 3. Contraste « coloration positive »
- 4. Immuno-marquage


Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission

Tome I : Méthodologie
Langues : Français, anglais.

Tome II : Techniques
Langues : Français, anglais.

Pour acheter nos livres, cliquez [ICI](#).
Version anglaise à venir

Auteurs : [Jeanne Avache](#), [Luc Beaunier](#), [Jacqueline Boumendil](#), [Gabrielle Ehret](#), [Danièle Laub](#)

Editeur : Publications de l'Université de Saint-Etienne

Les ouvrages :

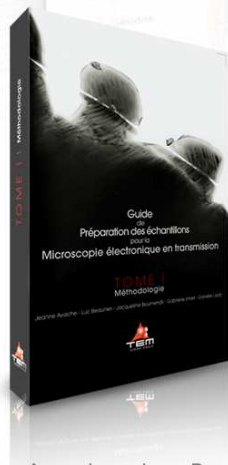
Ces livres s'adressent à une large communauté de chercheurs, ingénieurs et techniciens en science des matériaux (physique, chimie), en science de la terre (minéralogie, géologie) et en biologie qui utilisent la microscopie électronique en transmission (MET) pour analyser la structure de tout type de matériaux ainsi que la relation entre leur structure et leurs propriétés ou leurs fonctions spécifiques.



Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission



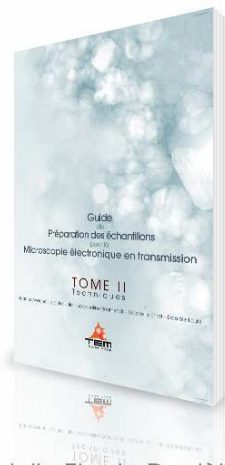
<http://temsamprep.in2p3.fr>



TOME I
Méthodologie

TOME II
Techniques

sortie version française : Février 2007

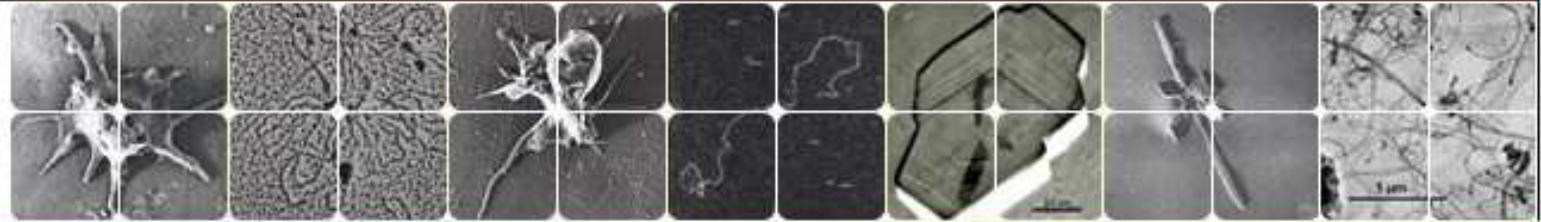


Jeanne Ayache - Luc Beauvier - Jacqueline Boumendil - Gabrielle Ehrét - Danièle Laub

Editeur: Publications de l'Université de Saint-Etienne

Les deux tomes sont liés et complémentaires avec le site Internet interactif <http://temsamprep.in2p3.fr>

Langues : Français, Anglais



Microscopie Electronique en Transmission (MET) : guide de préparation des échantillons



guides méthodologiques | techniques | photothèque | lexique | **livre** | observations | actualité | partenaires | contactez nous | liens



Guide de préparation des échantillons pour la microscopie électronique en transmission

Tome I : Méthodologie

Langues : Français, anglais.

Tome II : Techniques

Langues : Français, anglais.

Pour acheter nos livres, cliquez [ICI](#).

Version anglaise à venir

Auteurs : [Jeanne Ayache](#), [Luc Beaunier](#), [Jacqueline Boumendil](#), [Gabrielle Ehret](#), [Danièle Laub](#)

Editeur : Publications de l'Université de Saint-Etienne

Les ouvrages :

Ces livres s'adressent à une large communauté de chercheurs, ingénieurs et techniciens en science des matériaux (physique, chimie), en science de la terre (minéralogie, géologie) et en biologie qui utilisent la microscopie électronique en transmission (MET) pour analyser la structure de tout type de matériaux ainsi que la relation entre leur structure et leurs propriétés ou leurs fonctions spécifiques.