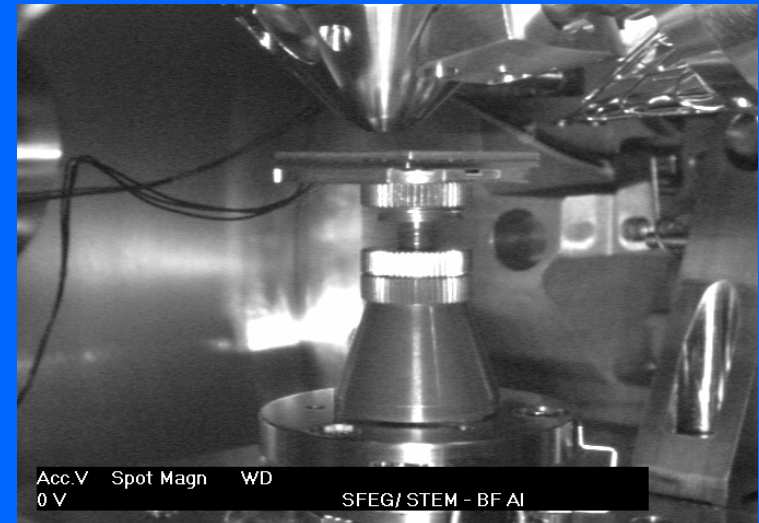
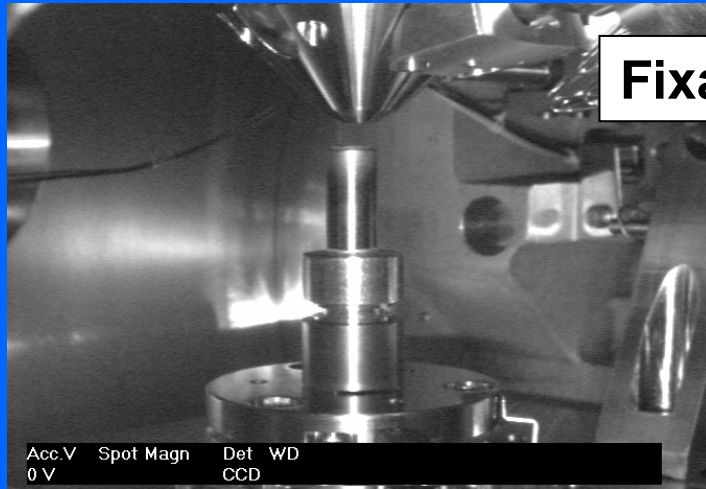


29 –30 novembre 2007

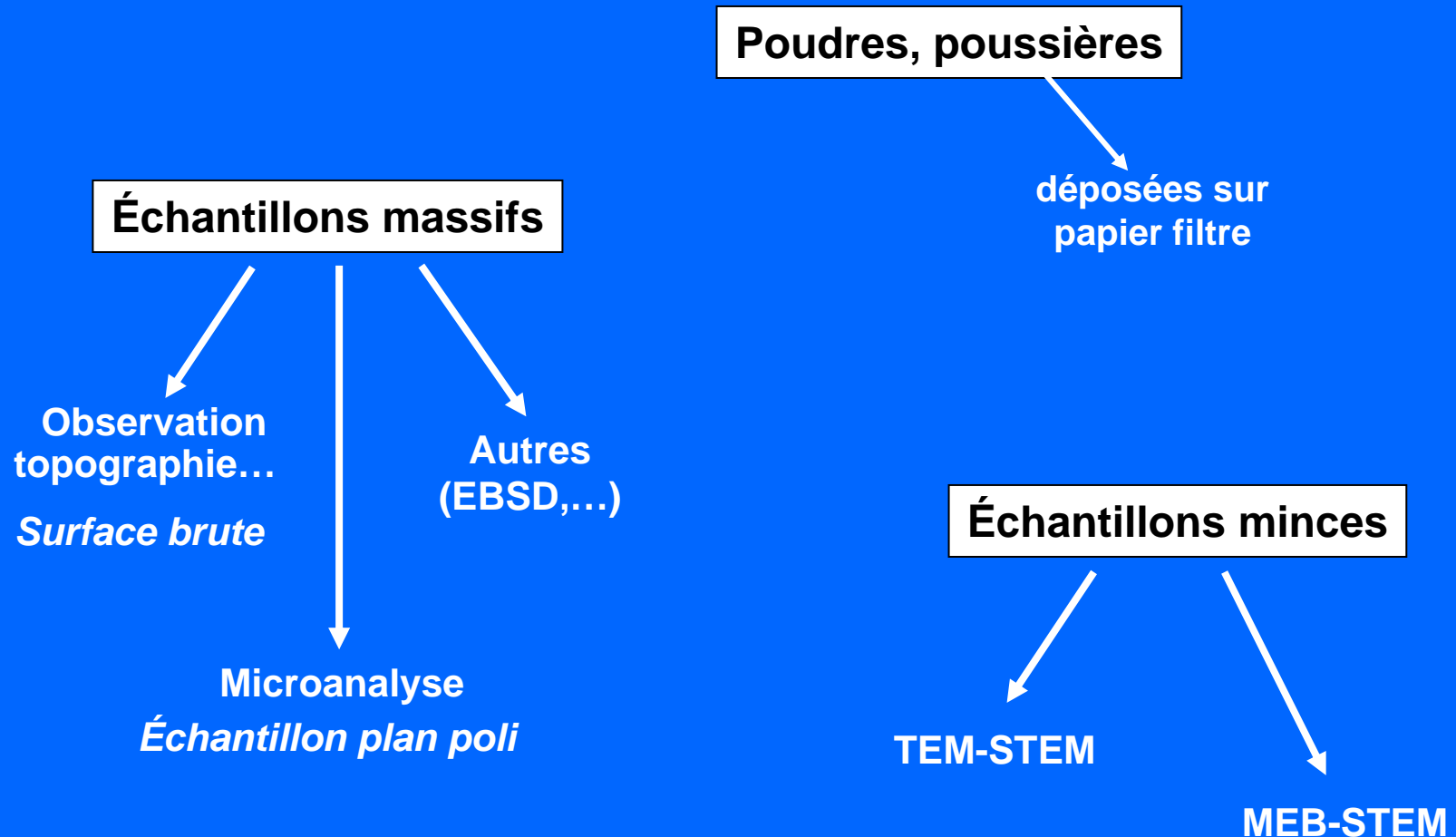
Fixation des échantillons

J. Ruste

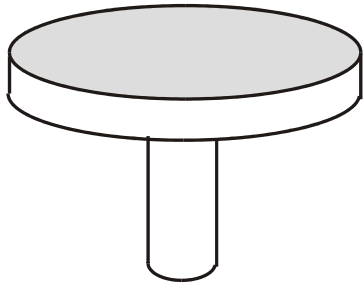


Selon la nature de l'échantillon...

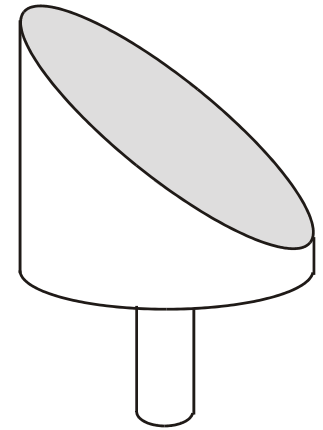
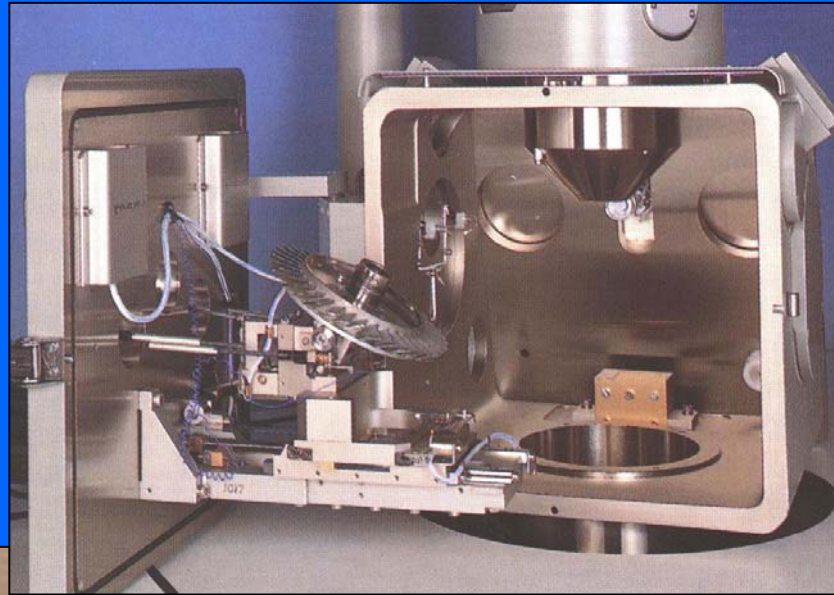
et le type d'observation/analyse



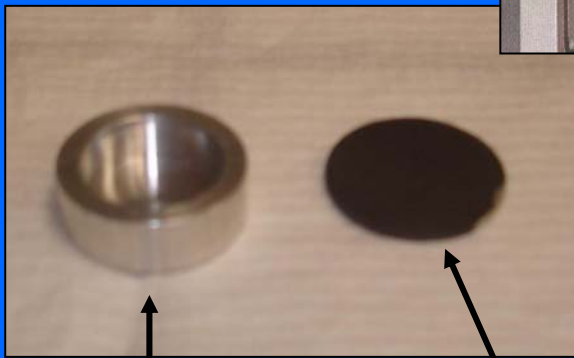
Échantillons massifs (MEB)



Porte échantillon simple (MEB)



Porte échantillon à plan incliné



disque de carbone

porte-échantillon pour microsonde (observation en MEB)



Fixation :

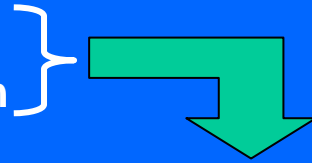
Solution classique (mais forcément la meilleure !) :

- collage à la laque (argent, carbone)

laque conductrice

mais :

- dégazage important
- risque de contamination



*dégazage et séchage préalable préconisés
(enceinte de métallisation par exemple)*

Si l'échantillon est dans un enrobage résine : s'assurer du contact électrique avec la masse

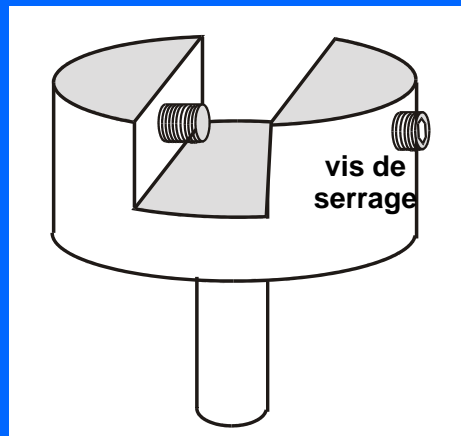
- ruban adhésif double face (ruban ou pastilles)

- pour échantillons légers ou poudres
- métallisation ou contacts conducteurs
- risque de fluage

*autre mode de fixation pour échantillon mince
par blocage mécanique*



Autre solution :



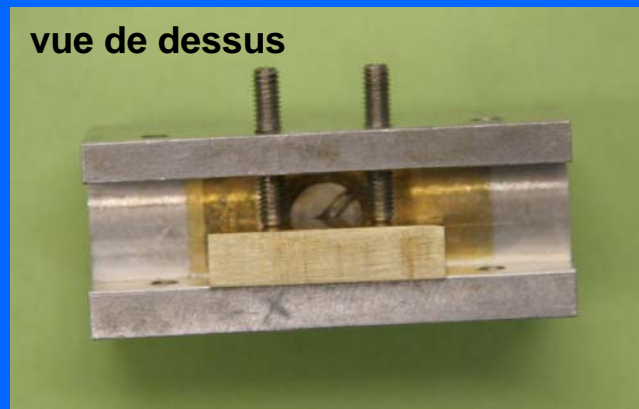
- petits échantillons minces
- positionnement quelquefois délicat

Porte échantillon à serrage par vis



vue de côté

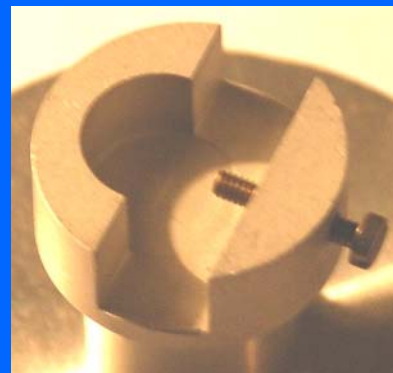
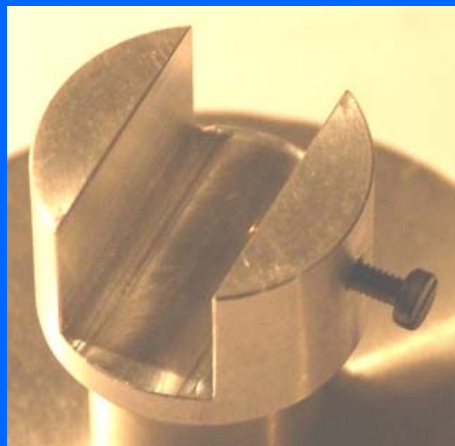
(documents R. Chiron)



vue de dessus

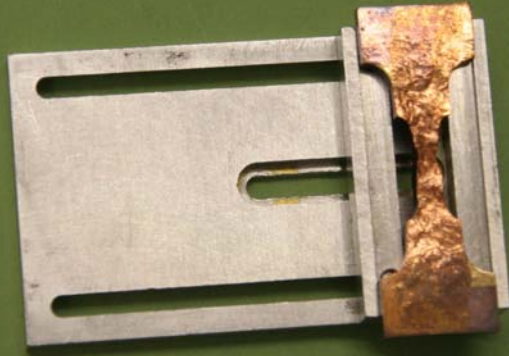


de toutes formes et de toutes tailles...



(documents F. Grillon)

dessus



pour éprouvettes de traction

dessous



dessous

**Autres exemples
de portoirs
« étau »**

(documents R. Chiron)

dessus

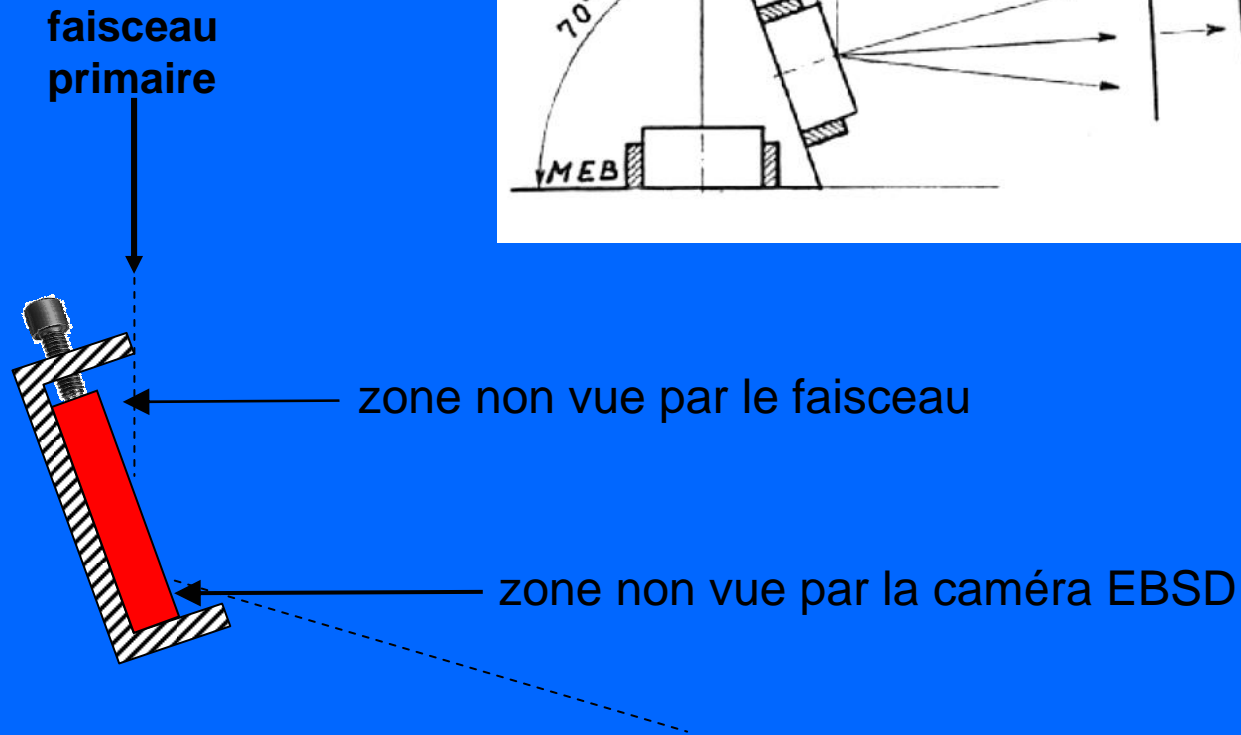


dessus

pour échantillon mince

Cas de l'analyse EBSD

Pour une analyse EBSD, l'échantillon doit être incliné à 70° , face à la caméra



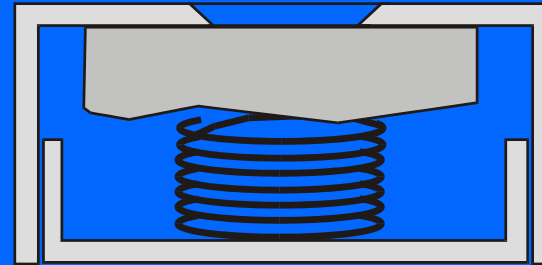
Fixation pour analyse EBSD: en raison de l'inclinaison à 70° attention

- aux ombrages possibles liés à la forme du portoir
- aux échantillons qui peuvent glisser s'ils sont simplement collés avec du scotch

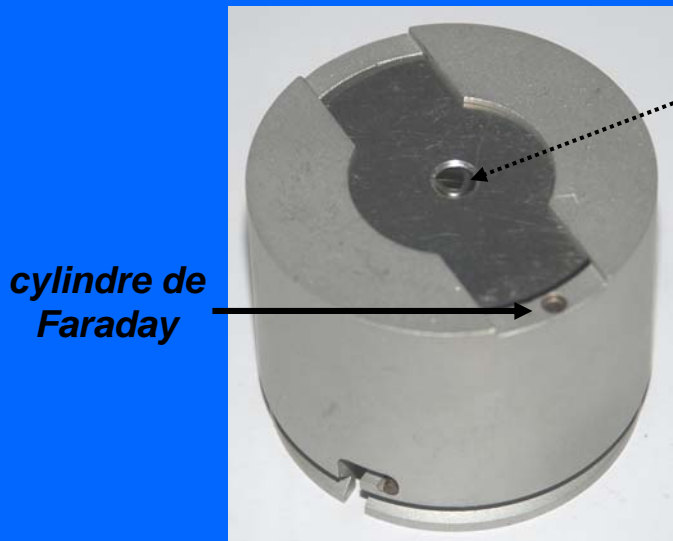
Échantillons massifs polis pour microanalyse

Plan de référence supérieur

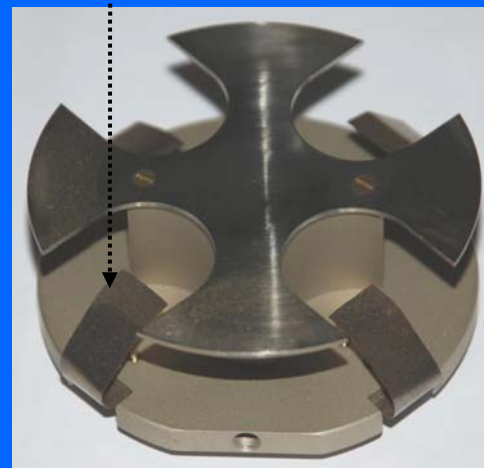
positionnement et maintien par ressort



Porte échantillon à plan de référence supérieur



(documents F. Grillon)



ressort

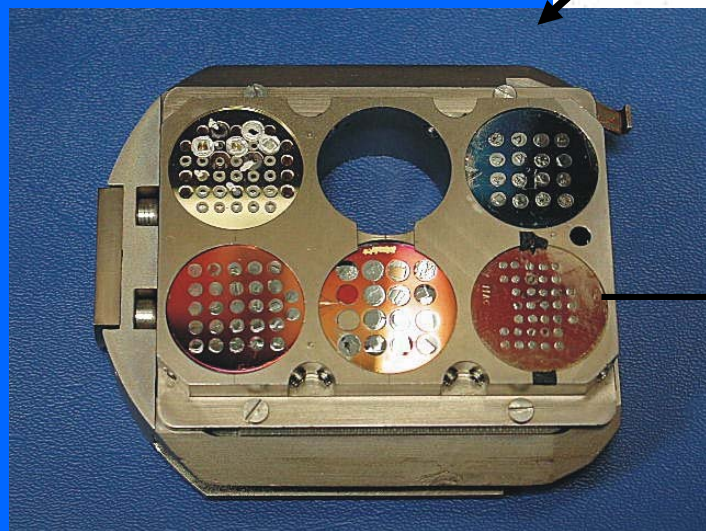
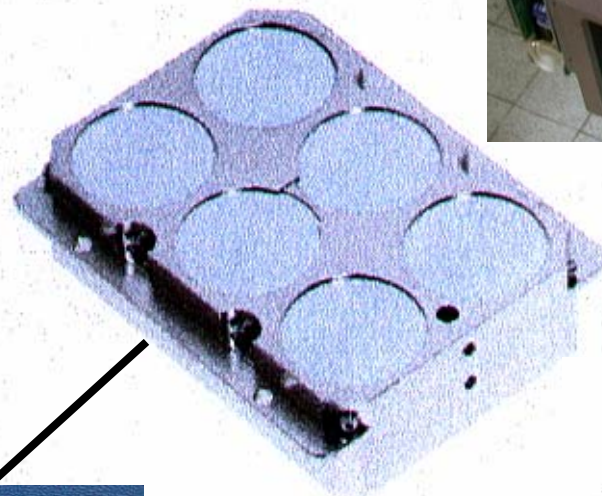
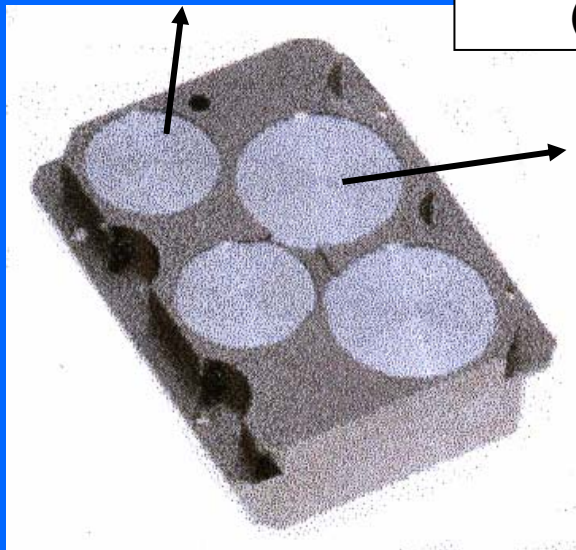


(document R. Chiron)

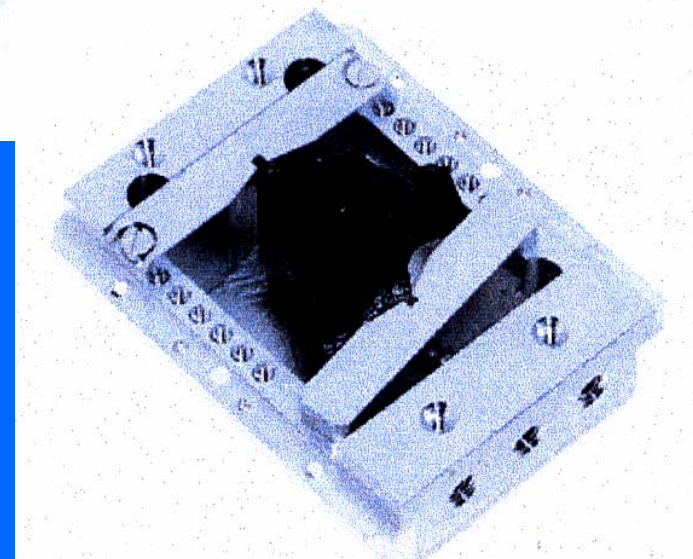
diamètre 25 mm

Navettes de microanalyse
(Caméca SX100)

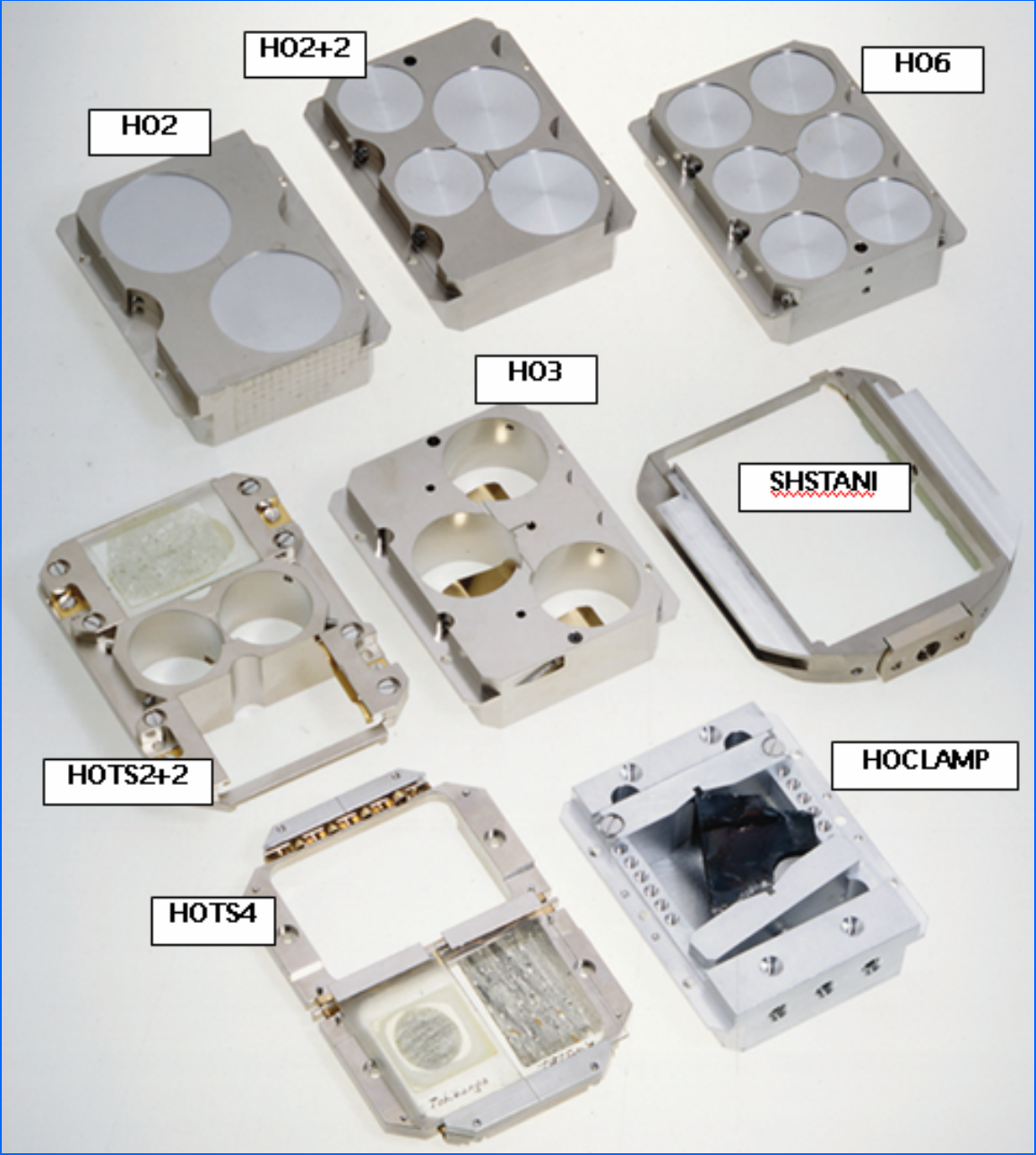
diamètre 30 mm



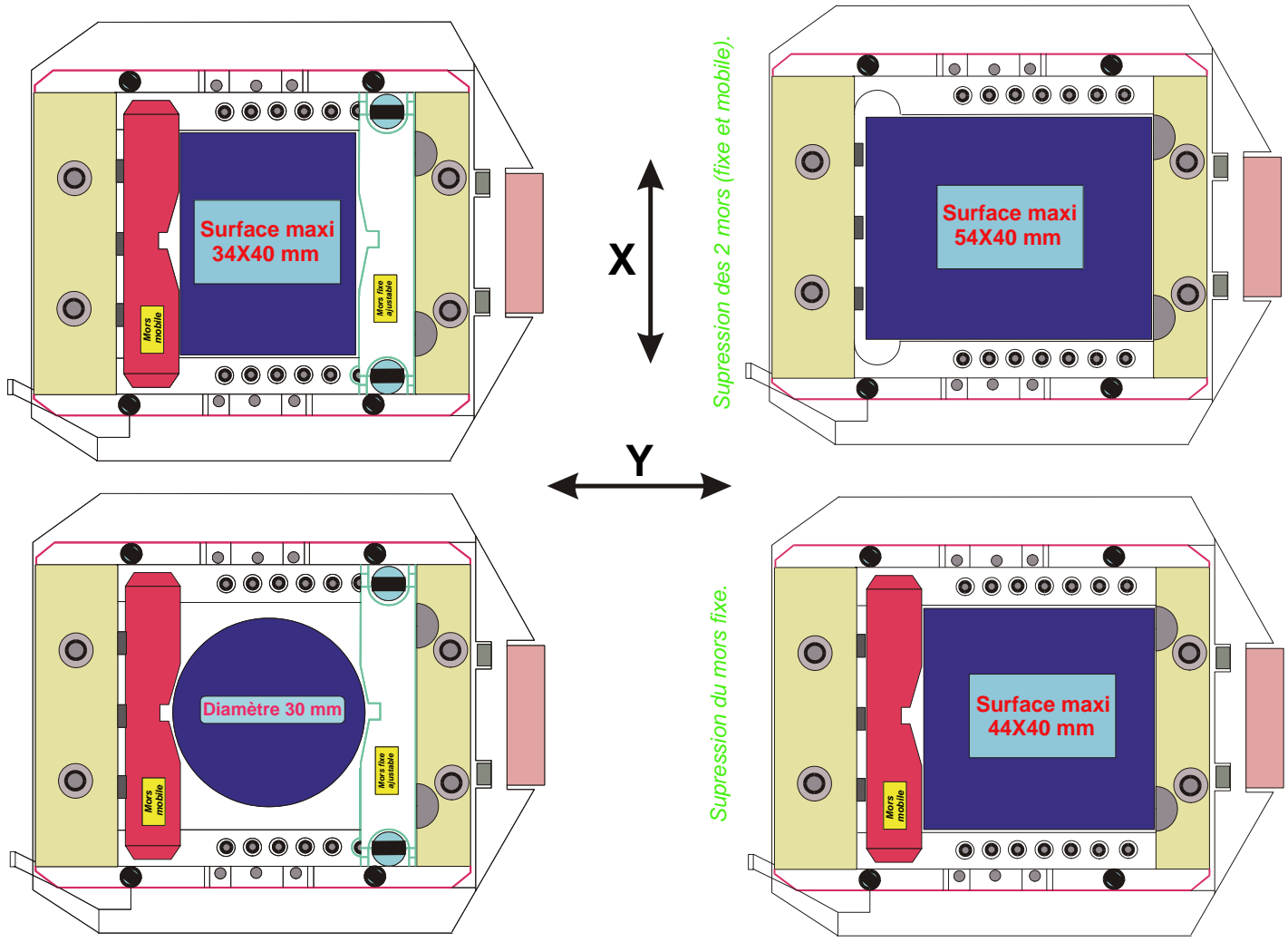
*témoins
de référence*

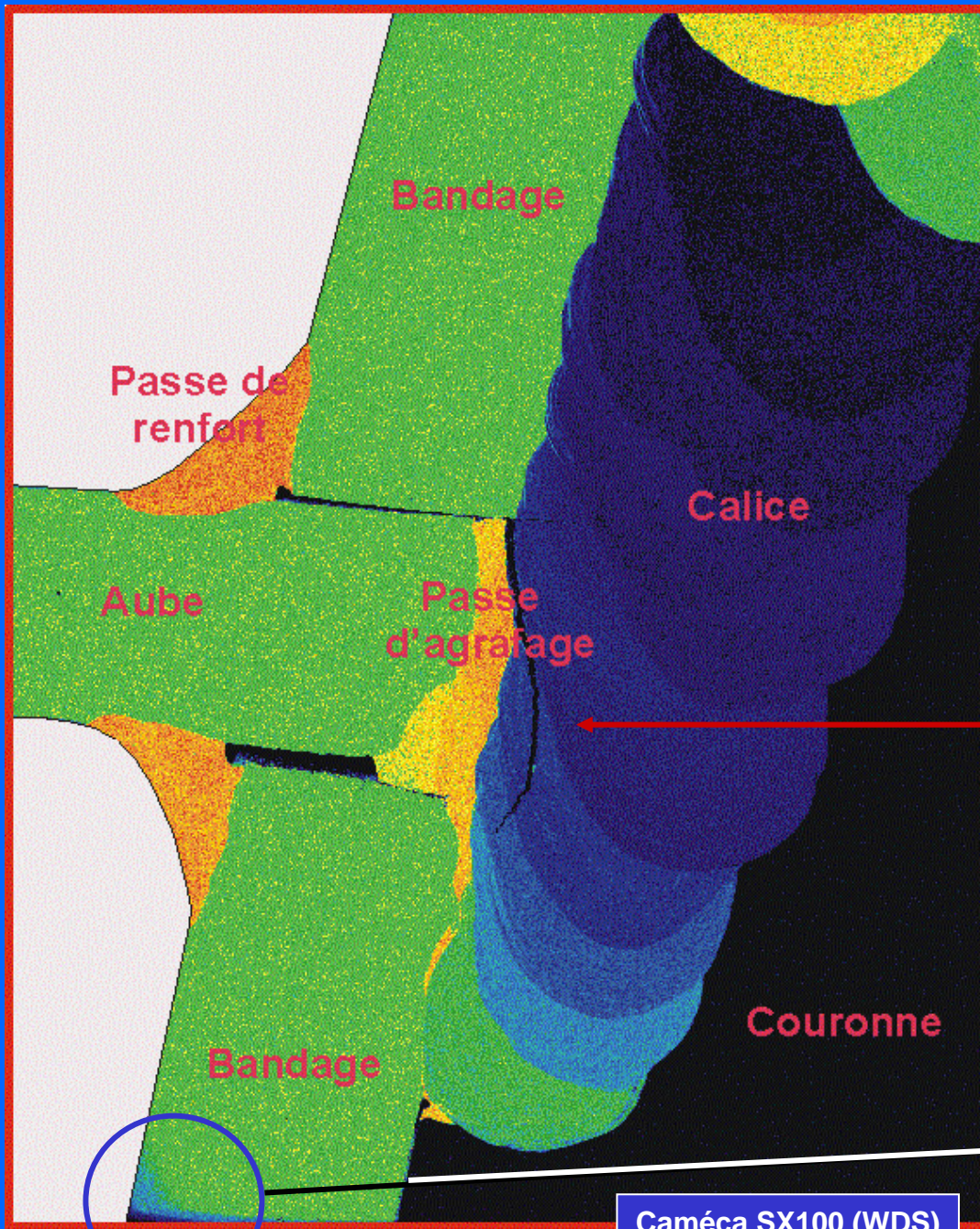


navette étai



Navette étou : différentes configurations





Fissuration au niveau d'un joint soudé
Cartographie X en Cr

Mosaïque de 20 images

Dimension totale : 40 x 50 mm
soit : 2500x3125 pixels

temps d'acquisition : 20 ms/pixel
temps total (3 images) : 40h

fissure

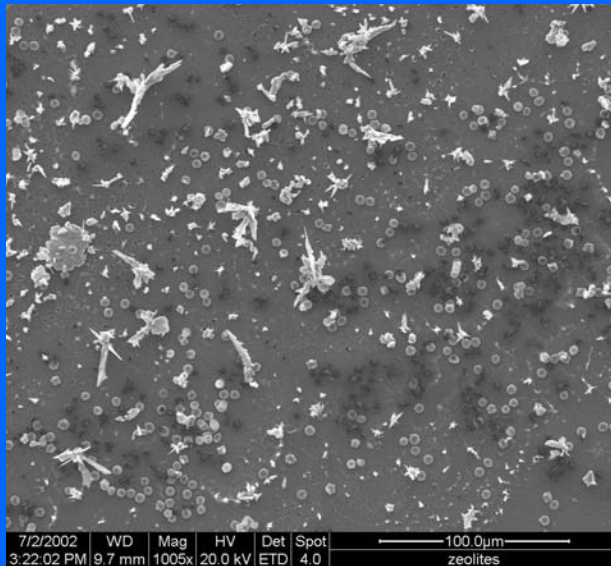
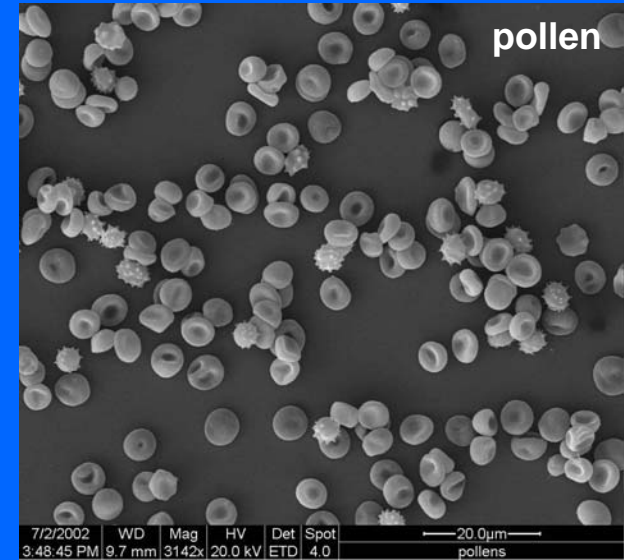
Sp1

effets de bord liés au portoir

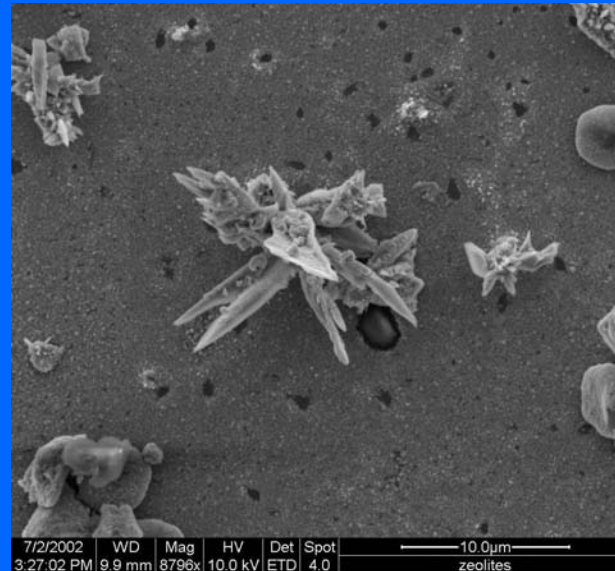
Caméca SX100 (WDS)

Observation et analyse de poudres, poussières, particules...

poudres métalliques



zéolithes



On peut distinguer :

- les fines poussières recueillies sur papier filtre

⇒ fixation classique (collage, adhésif...)

! métalliser le papier filtre

- des grains de poudre

selon le diamètre ...

- ruban adhésif double face , puis soufflette pour enlever l'excès

- laque conductrice (argent, carbone...)

- simple contact (si très fine)

Précautions :

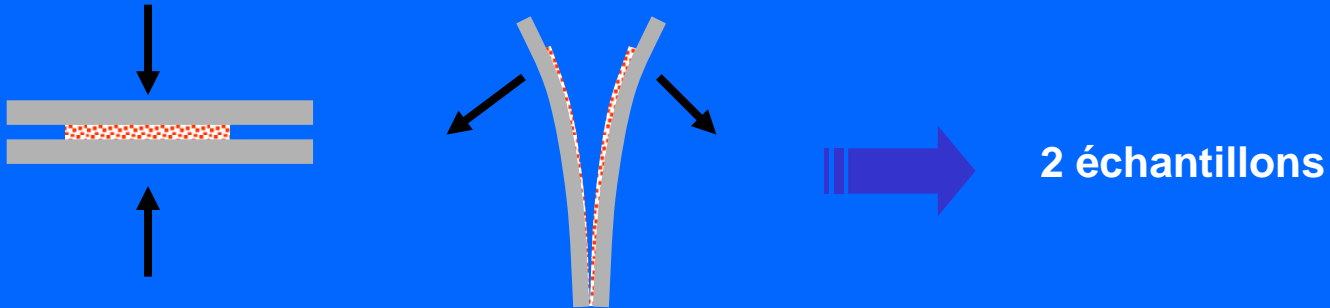
- s'assurer du collage avant d'introduire l'échantillon

- métalliser si poudre non-conductrice

risques : aspiration lors de la mise sous vide

Poudres : Autres solutions

- presser entre 2 feuilles d'indium et séparer (*avantage: dégaze moins que les adhésifs*)

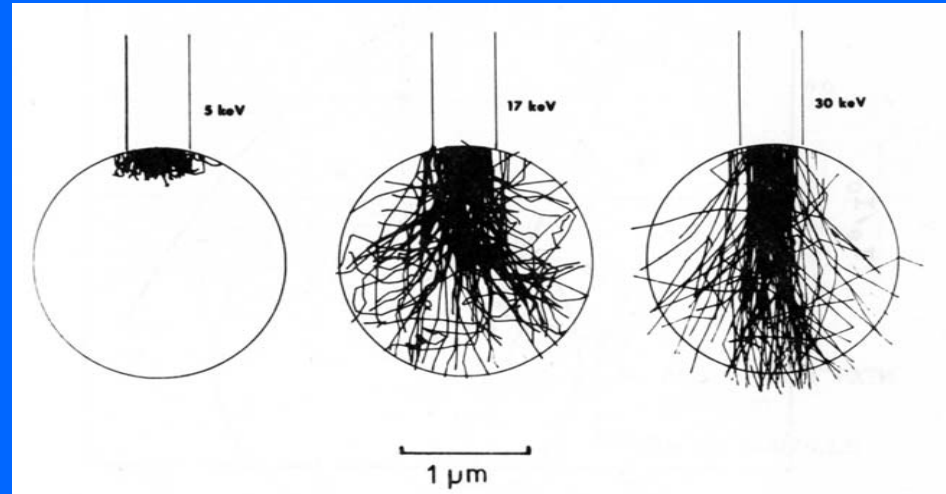


- En suspension dans un liquide, *puis goutte sur substrat poli, puis évaporation du liquide*

Microanalyse de poudre :

Selon les dimensions de la poudre et les conditions expérimentales, les électrons peuvent diffuser en dehors du grain...

Simulations de Monte Carlo
sur des particules d'aluminium
de 1 μm de rayon

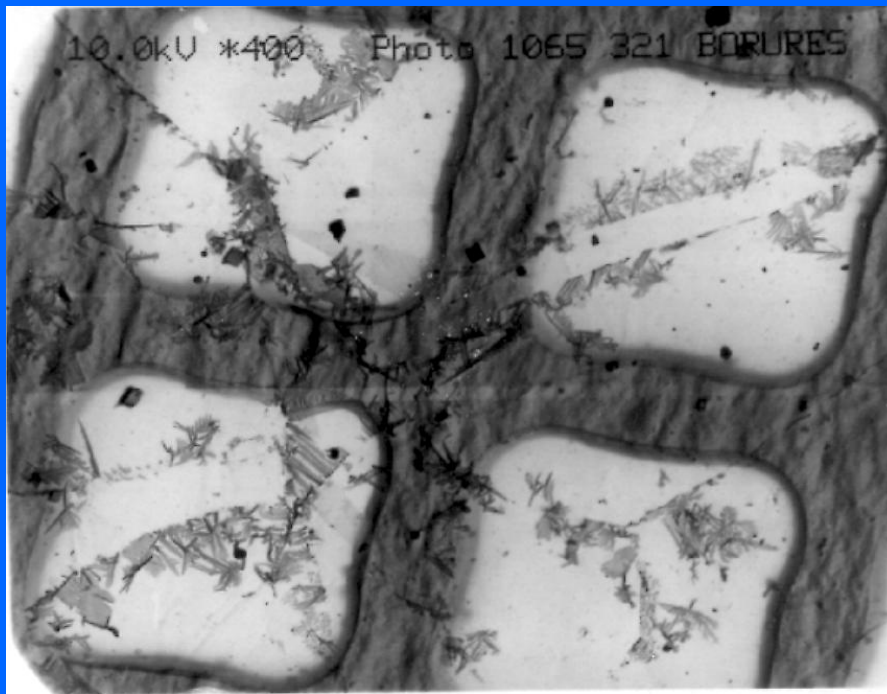


Faire en sorte que le substrat ne provoque pas d'interférences fâcheuses !

éviter un substrat « lourd »

soit les déposer sur un disque de carbone,

soit sur un film de carbone déposé sur une grille (et éviter les barreaux !)



**Analyse de carboborures de molybdène
à la microsonde de Castaing :
répliques d'extraction sur film de SiO
déposé sur une grille de microscope**

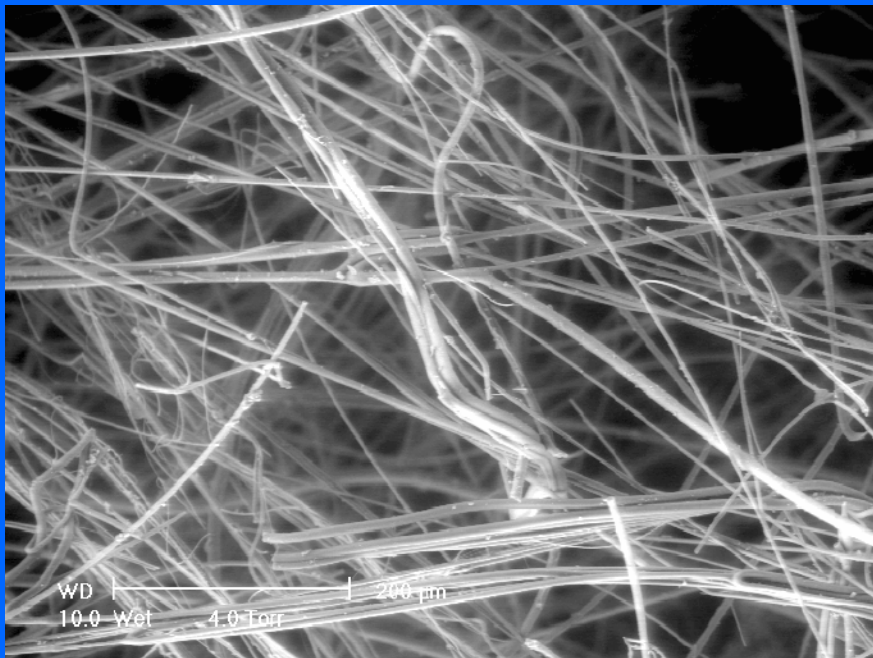


Observation de fibres

1) Collage classique

- métallisation difficile (si non-conductrices)
- profondeur de champ limitée

⇒ Observation en MEB à pression contrôlée ou à faible tension en MEB FEG



10 kV – 4 Torr

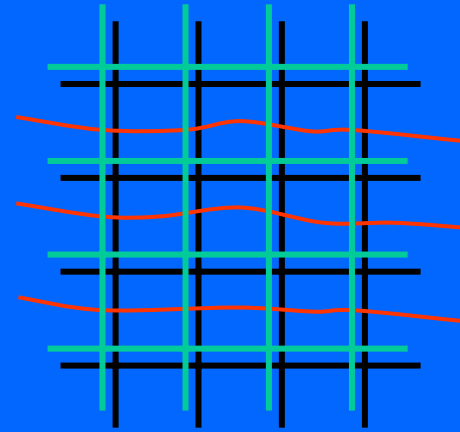
fibres de laine de verre



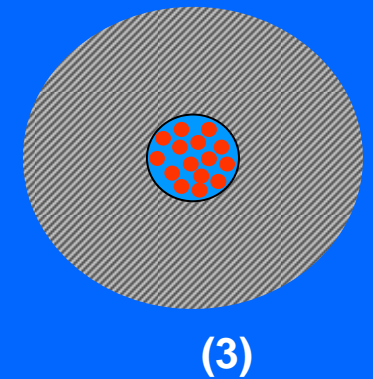
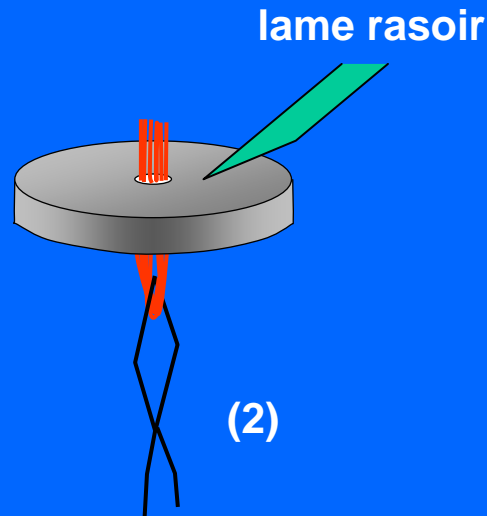
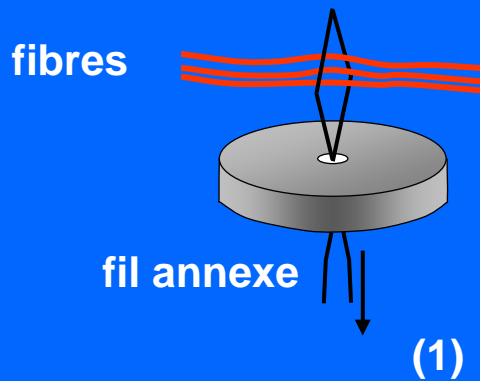
2) Autres solutions possibles

Fibres longues :

- surface : *tenues entre 2 grilles*



- section :



final
vue du dessus

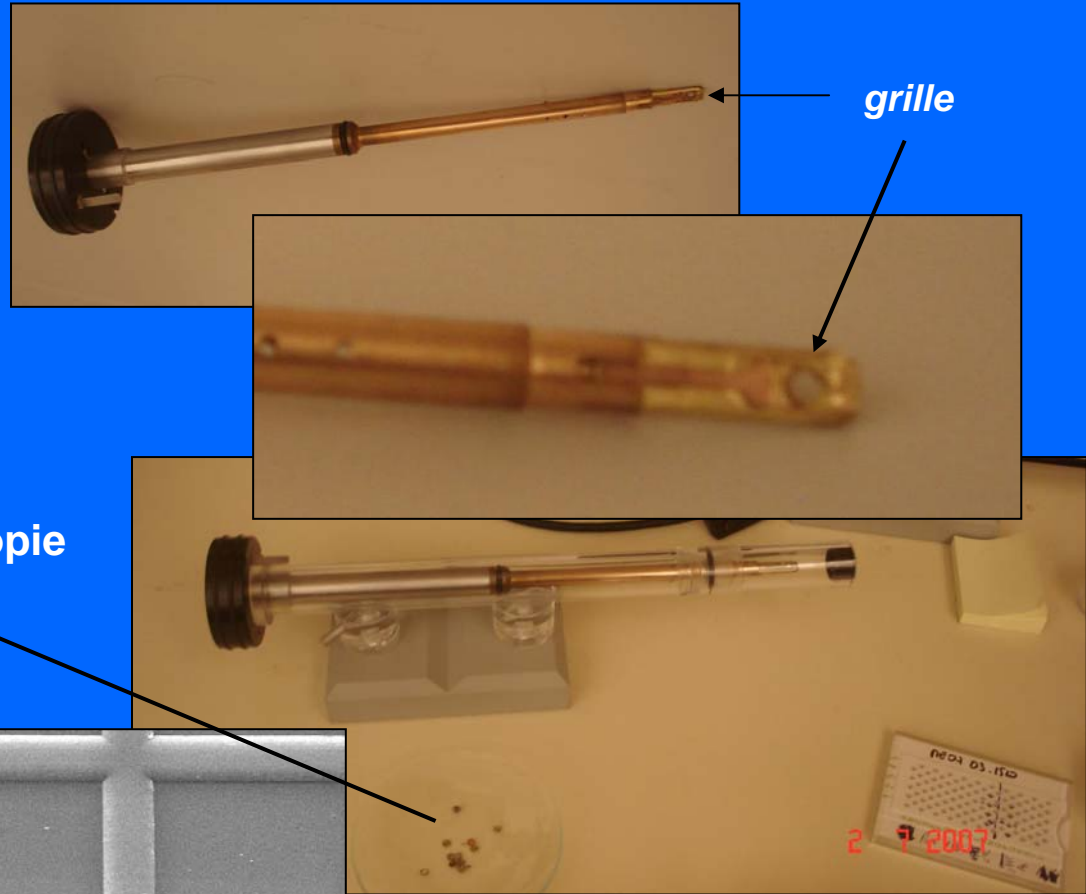
(documents M. Repoux)

Porte échantillon pour échantillons minces

lame mince, répliques

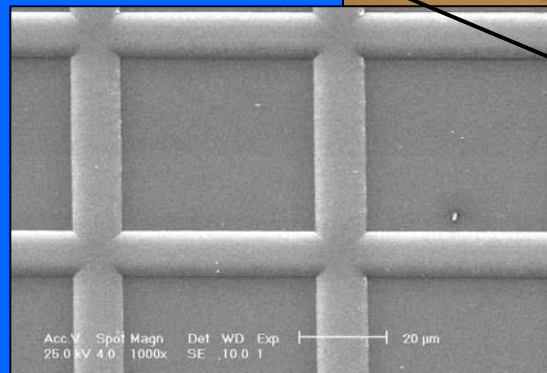


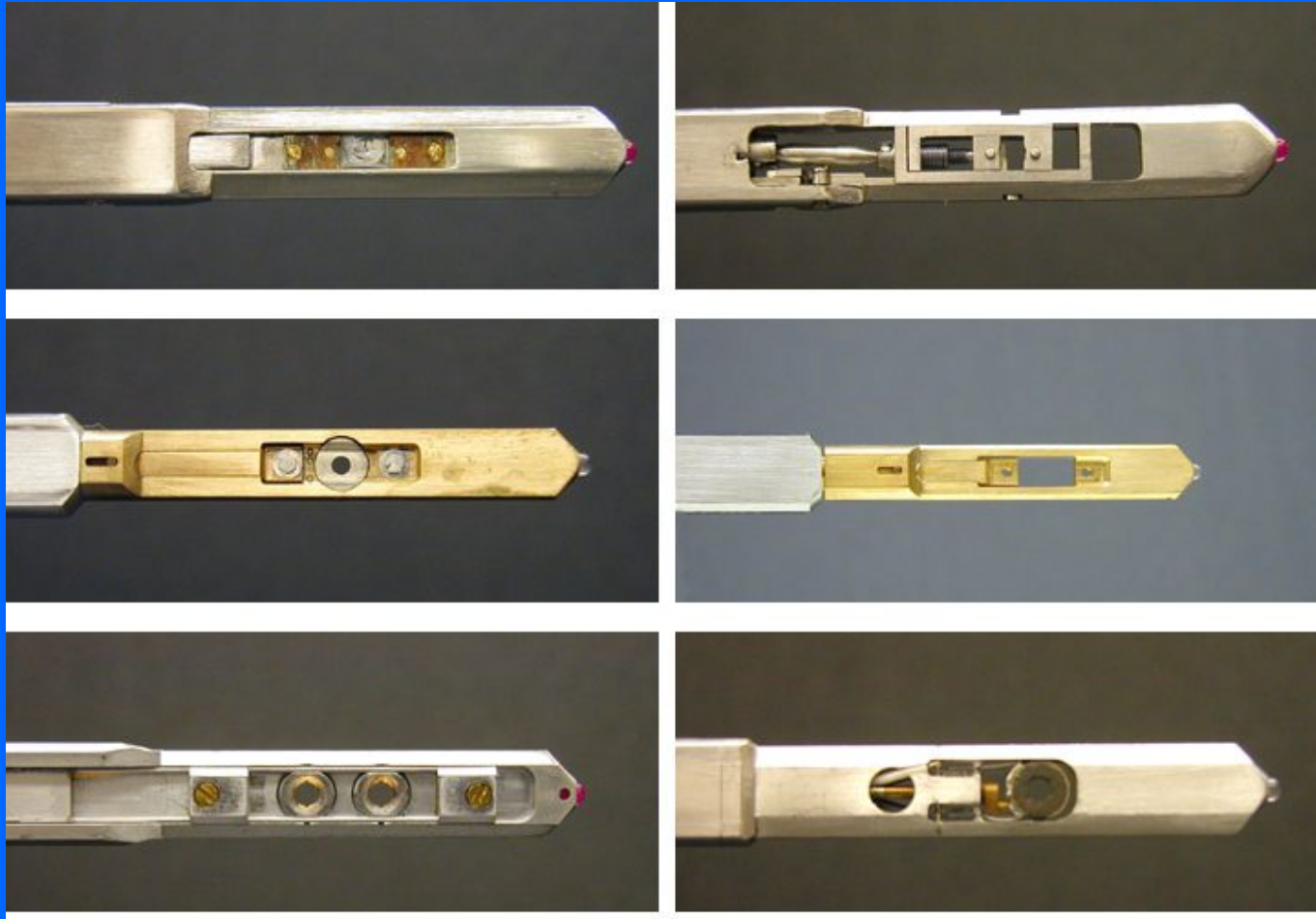
pour TEM



**support : grille pour microscopie
diamètre : 3 mm**

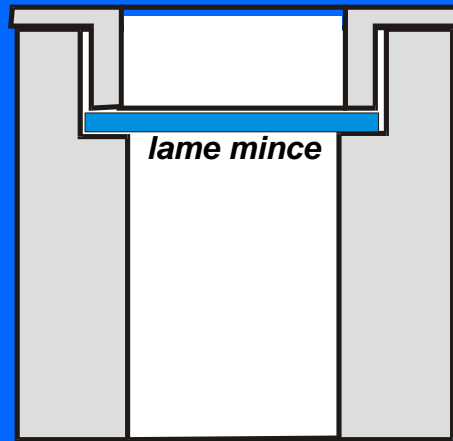
- cuivre
- aluminium
- carbone ou polymère





**Porte-échantillon (grilles) pour TEM
(document Jeol)**

pour MEB-STEM



détecteur STEM



(documents F. Grillon)

**Exemple de porte échantillon (lame mince)
pour MEB-STEM**

**portoirs pour lame mince
(EBSD et STEM)**

(documents R. Chiron)





portoirs multiples



(documents F. Grillon)

Il existe pour chaque instruments des portoirs adaptés livrés avec...

Cependant,

Il est tout à fait possible de développer ses propres portoirs en fonction d'une application particulière ou pour un type d'échantillon donné...

La seule réelle contrainte est de s'assurer du bon contact électrique entre l'échantillon et la masse afin d'éviter des problèmes de charge...