

RECHERCHE 7



INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE LYON



Imagerie Tridimensionnelle À l'échelle mésoscopique En Microscopie Electronique à Balayage



Karine MASENELLI-VARLOT, Gilbert THOLLET, Annie MALCHERE, Pijarn JORNANOHO, Catherine GAUTHIER

Laboratoire MATEIS
INSA de Lyon

membre de
UNIVERSITÉ DE LYON



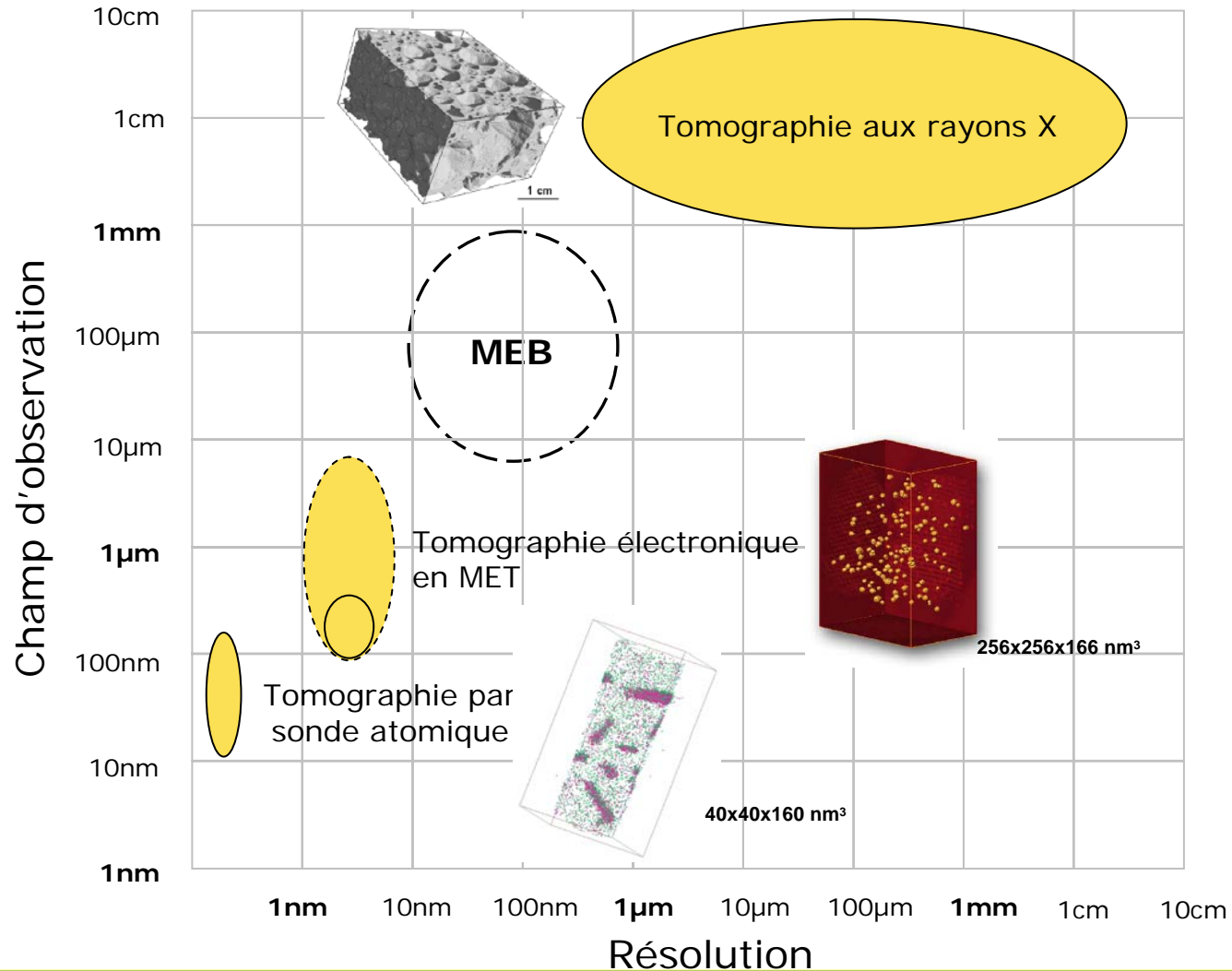
Tomographie électronique

Principe Reconstruction d'un volume 3D à partir des projections prises sous différents angles de vue (images sur 180°)



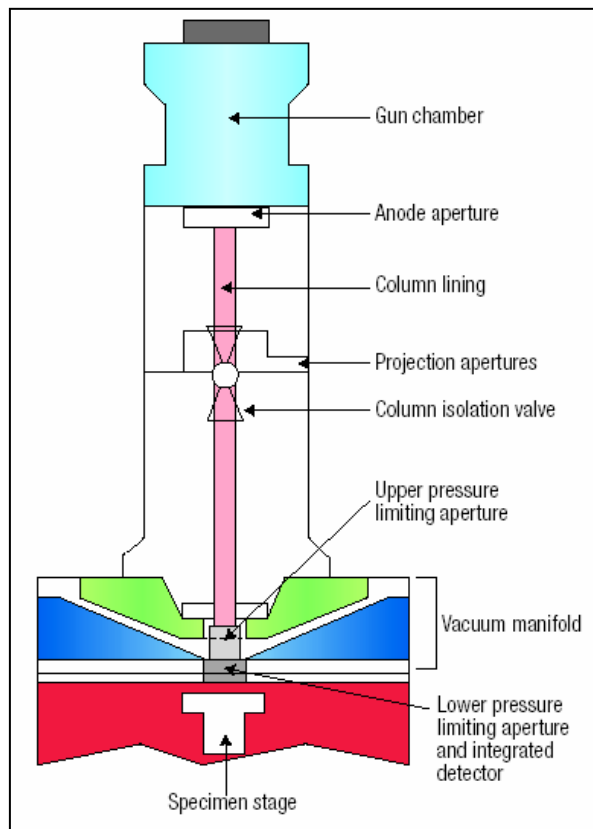
« Il faut au moins une **relation monotone** entre l'intensité et l'épaisseur (ou la densité) »

Imagerie 3D en Science des Matériaux



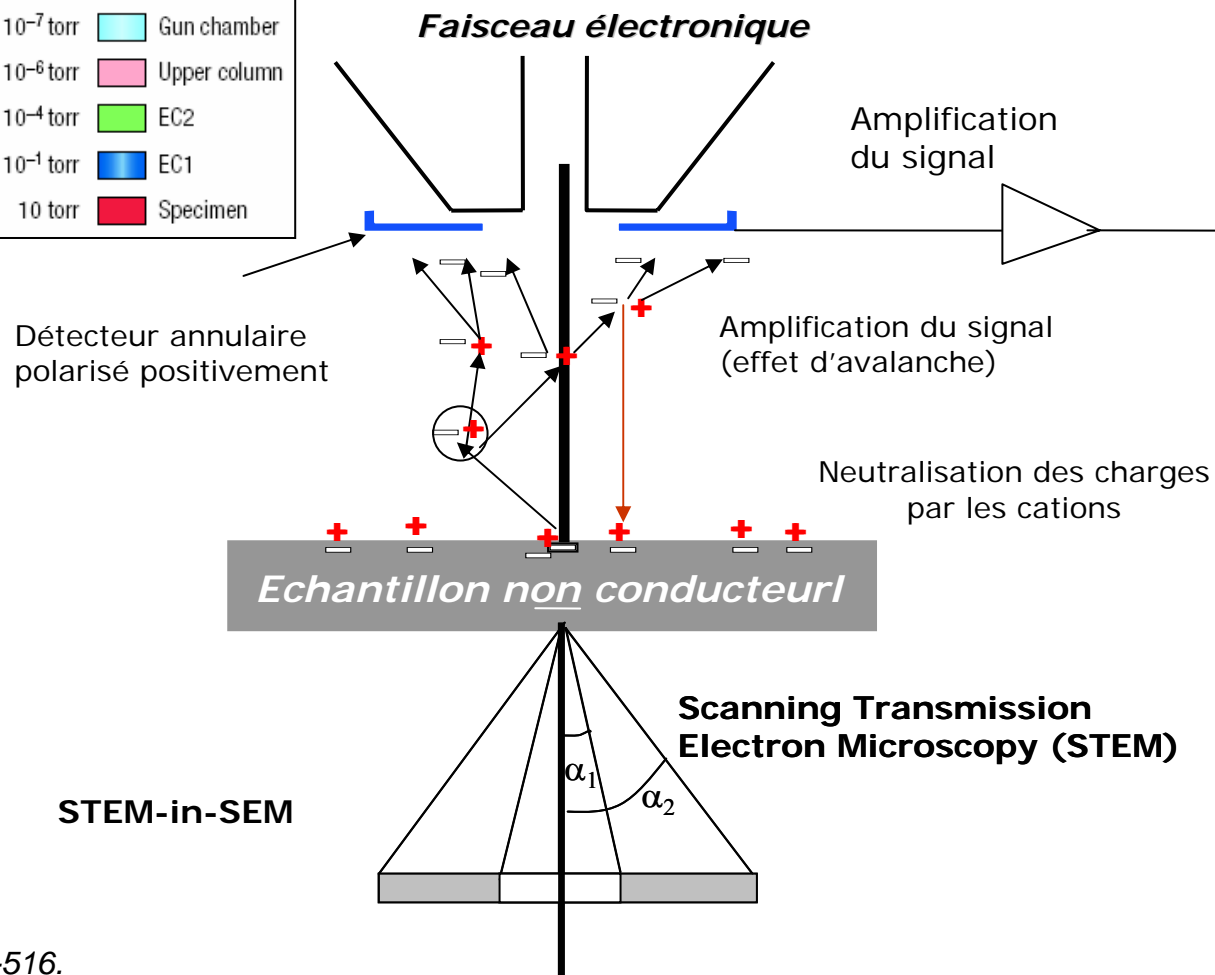
MEB : mode ESEM, en transmission

Canon : haut vide
(10^{-9} Torr dans un FEG Schottky)



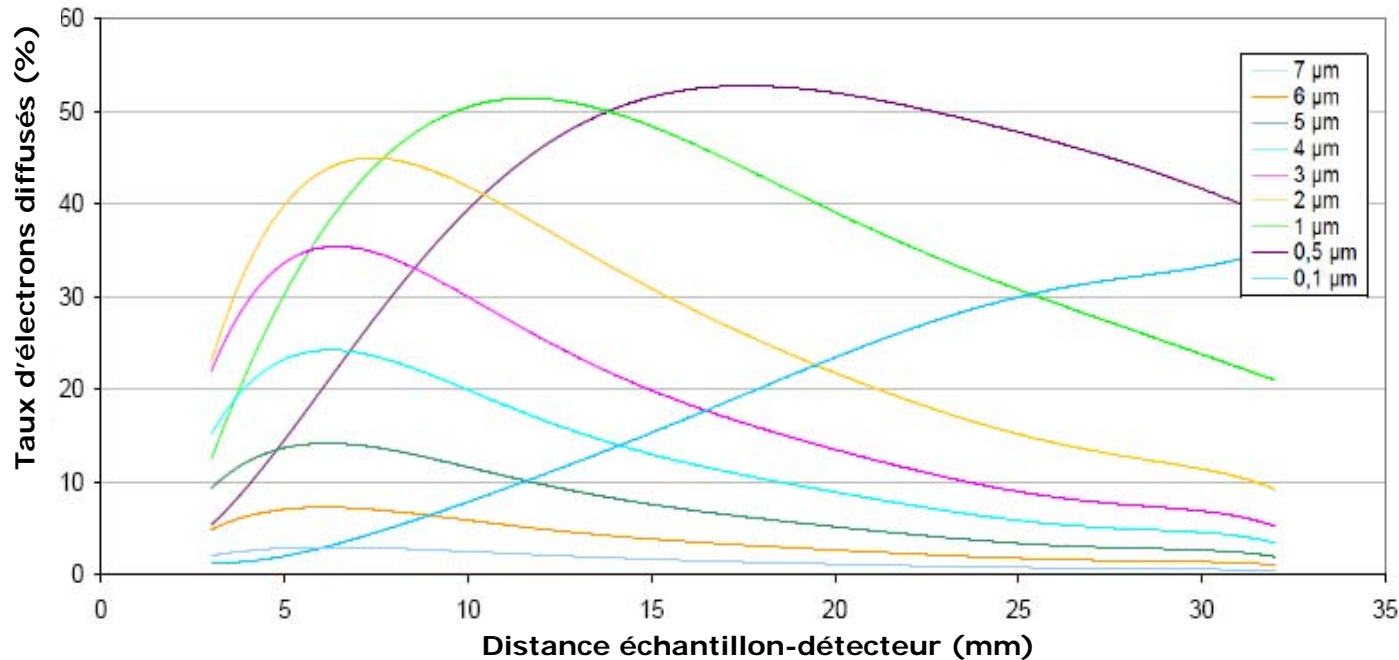
Vide dégradé dans la chambre
(jusque 20 Torr)

Pressure range	Pressure zone
10^{-7} torr	Gun chamber
10^{-6} torr	Upper column
10^{-4} torr	EC2
10^{-1} torr	EC1
10 torr	Specimen



A.M. Donald, Nat. Mater., 2003, vol. 2, pp. 511-516.

- Information de volume
- Détection des électrons transmis même pour des échantillons épais



Simulation Monte Carlo : taux d'électrons collectés, en fonction de la distance échantillon-détecteur, pour différentes épaisseur de couches de carbone (*Thèse A.Bogner, 2006*)

La tomographie électronique en MEB donnerait accès à :
L'échelle mésoscopique
Un grand volume analysé (y compris en épaisseur)

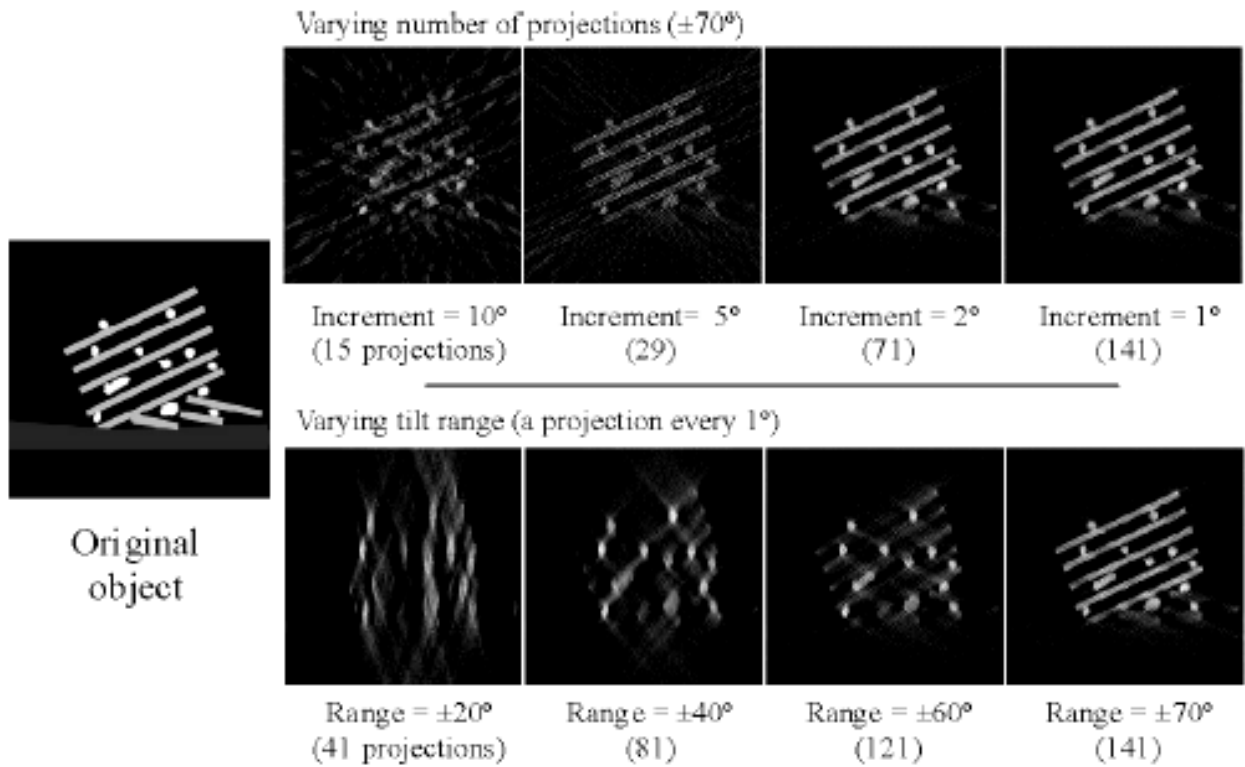
Développement expérimental

Développement du dispositif « Tomo-STEM »

La qualité de la reconstruction dépend de paramètres d'acquisition

Nombre d'images (n) → Résolution (d)

Inclinaison maximale (θ) → Allongement dans de l'axe optique (e_{xz})



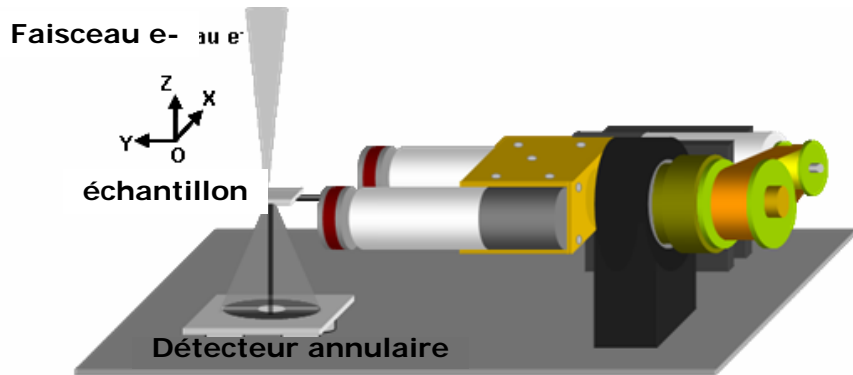
$$d_x = d_z = \pi D / n$$

$$e_{xz} = \sqrt{\frac{\theta + \sin \theta \cos \theta}{\theta - \sin \theta \cos \theta}}$$

Weyland M. *Electron tomography of catalysts*. Catalysis (2002) **21(4)**: pp. 175-183

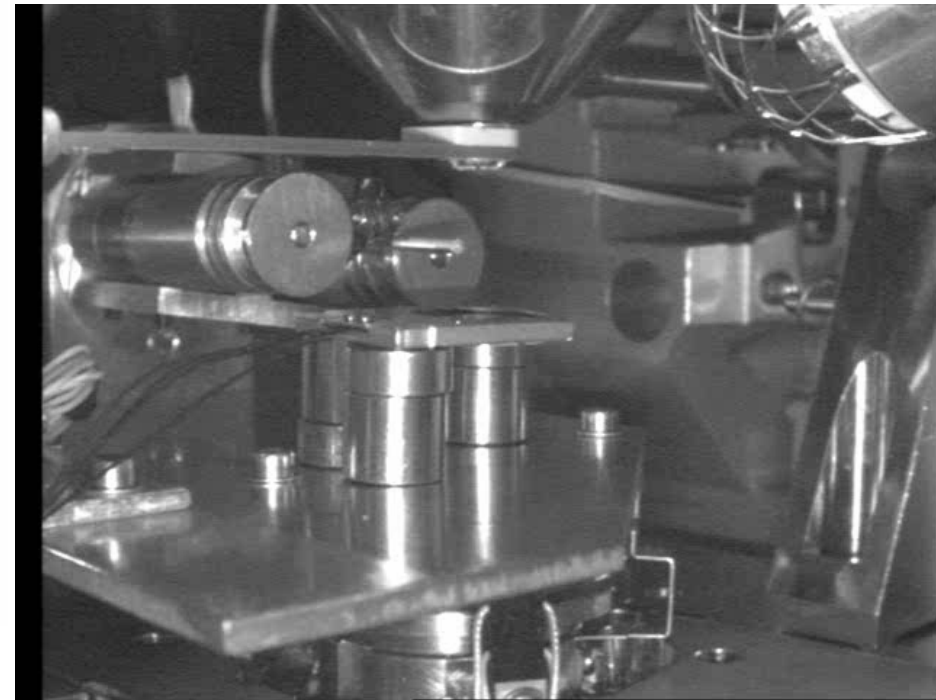
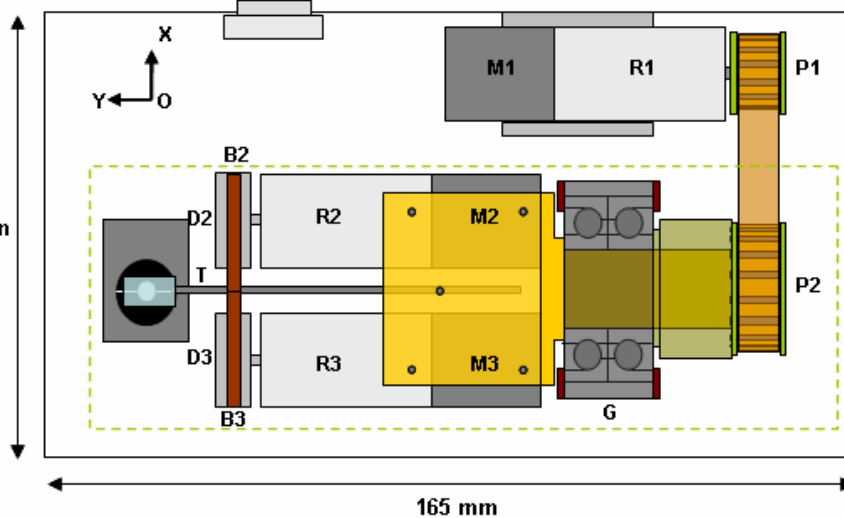
Développement du dispositif « Tomo-STEM »

Patent : FR 06-09-708



Caractéristiques :

- Echantillon à l'eucentrique
- Rotation sur 360°, pas mini de 0,1°
- Détection champ sombre annulaire
- Distance échantillon-détecteur ajustable



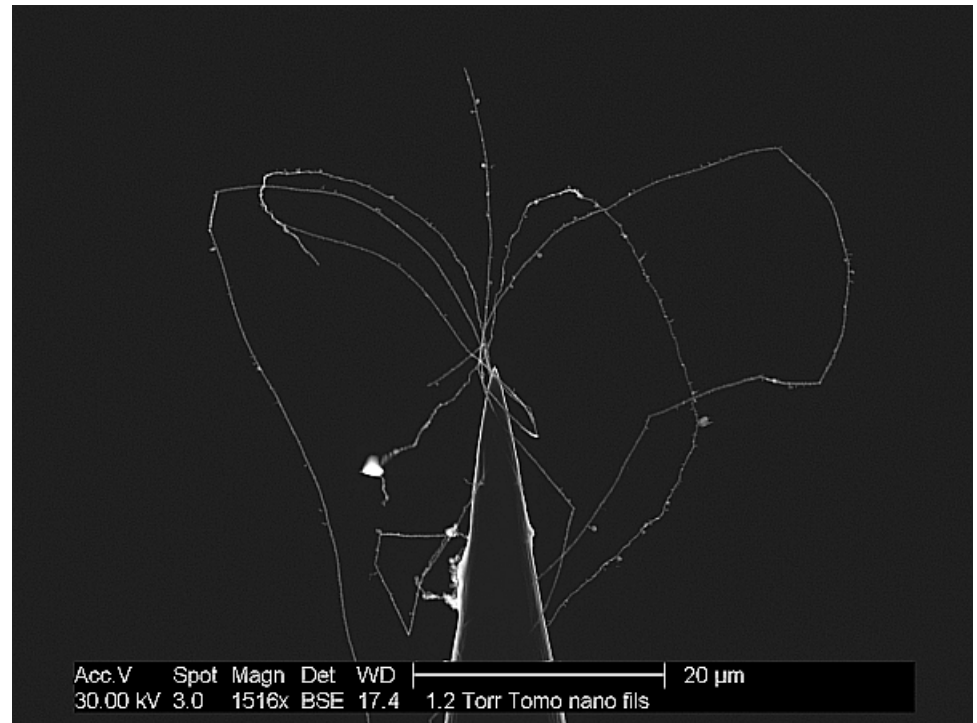
Exemples d'acquisitions tomographiques

Protocole expérimental

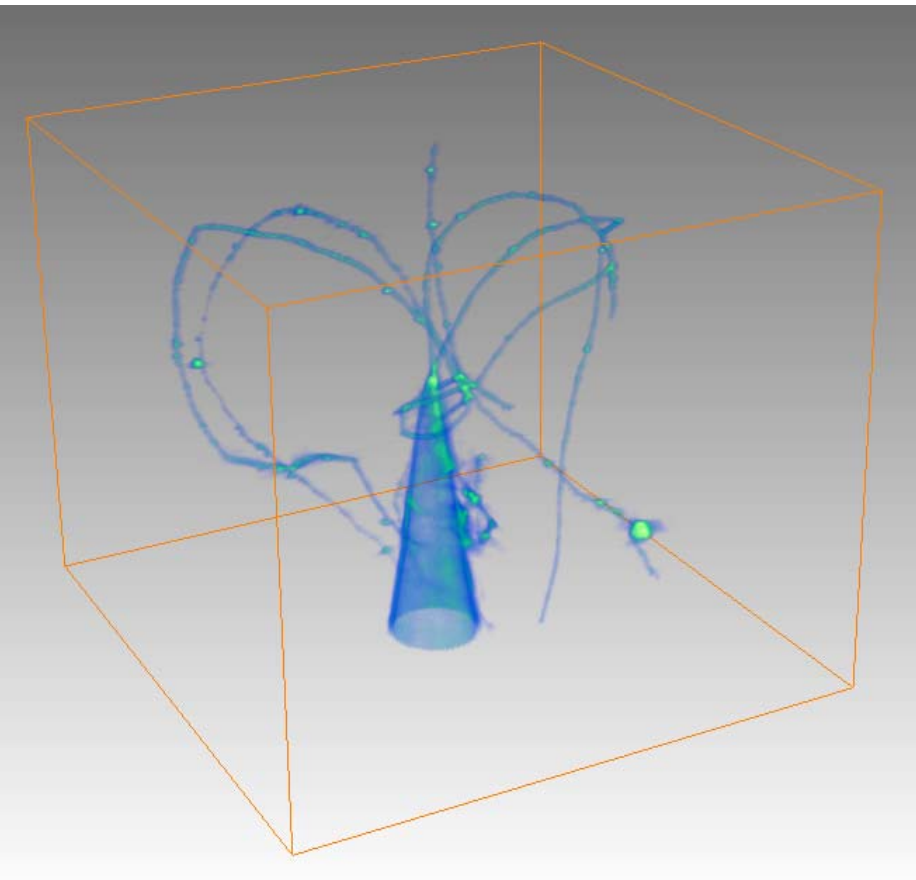
- Echantillon mis à la position eucentrique sous microscope optique
- Distance échantillon-détecteur : 15 mm (contraste maximal), ce qui correspond à des angles de collection entre $10,3^\circ$ et $28,2^\circ$
- Alignement des axes de rotation et de balayage
- Repositionnement de la zone d'intérêt pendant l'acquisition

Post-traitement

- Alignement par corrélation croisée
- Reconstruction par différents algorithmes
 - ✓ Rétro-projection
 - ✓ Rétro-projection pondérée
 - ✓ ART (*Algebraic Reconstruction Technique*)
 - ✓ SIRT (*Simultaneous Itérative Reconstruction Technique*)



Projections sur 270° , pas de 2°



Weighted Back Projection ($41 \times 32 \times 40 \mu\text{m}^3$)

Champ de vision du MEB



Grand volume reconstruit

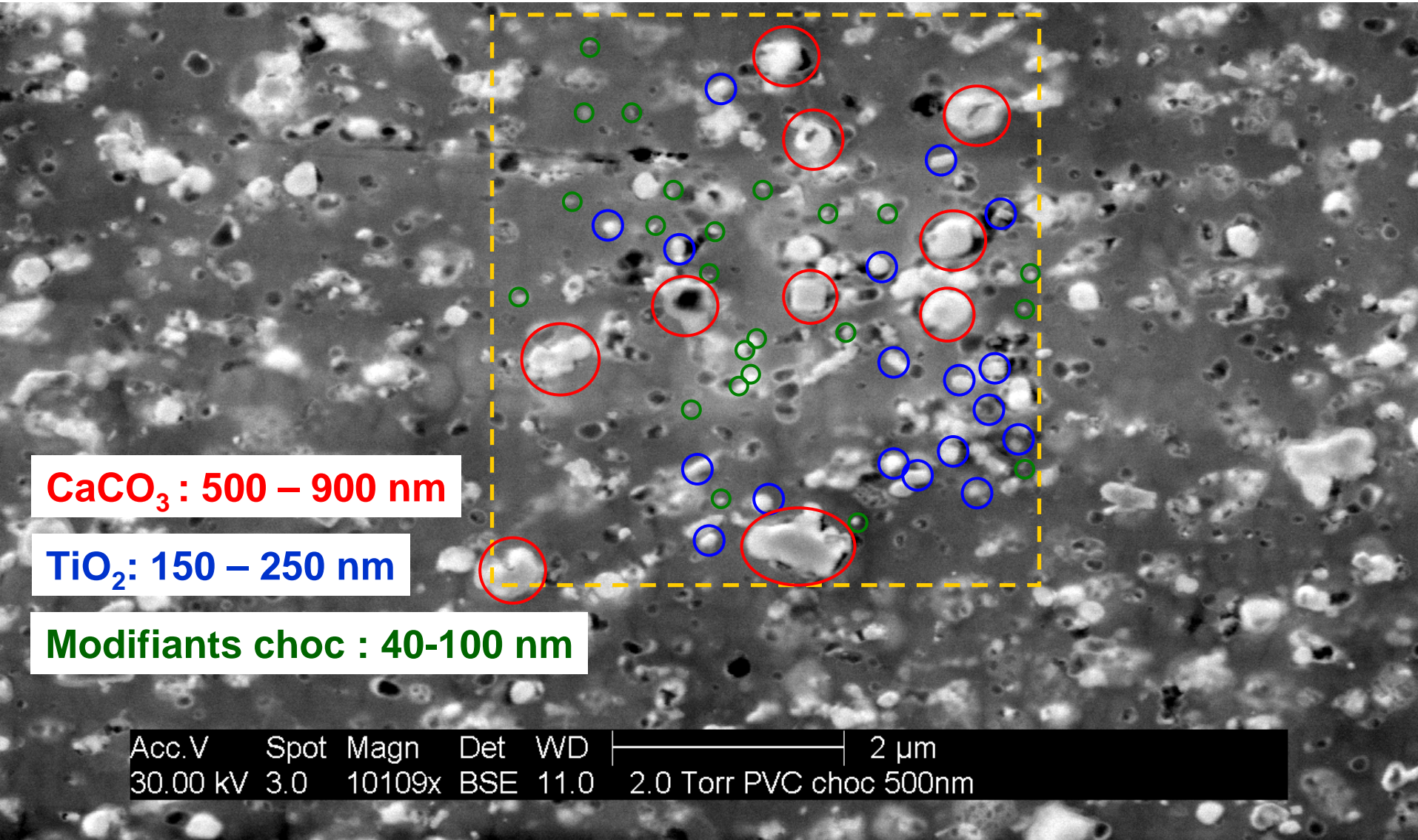
Reconstruction tomographique

- Problème dans les zones de niveau de gris saturé
- WBP meilleur que BP
- Algorithmes itératifs (ART, SIRT) : perte d'information dans les zones de contraste non conventionnel

PVC choc

Le PVC choc est un polymère (PVC) contenant :

- Des charges minérales : CaCO_3 (1 μm), TiO_2 (280 nm)
- Des modifiants chocs ayant une structure cœur-écorce (PBA/PMMA) (80 nm)



CaCO_3 : 500 – 900 nm

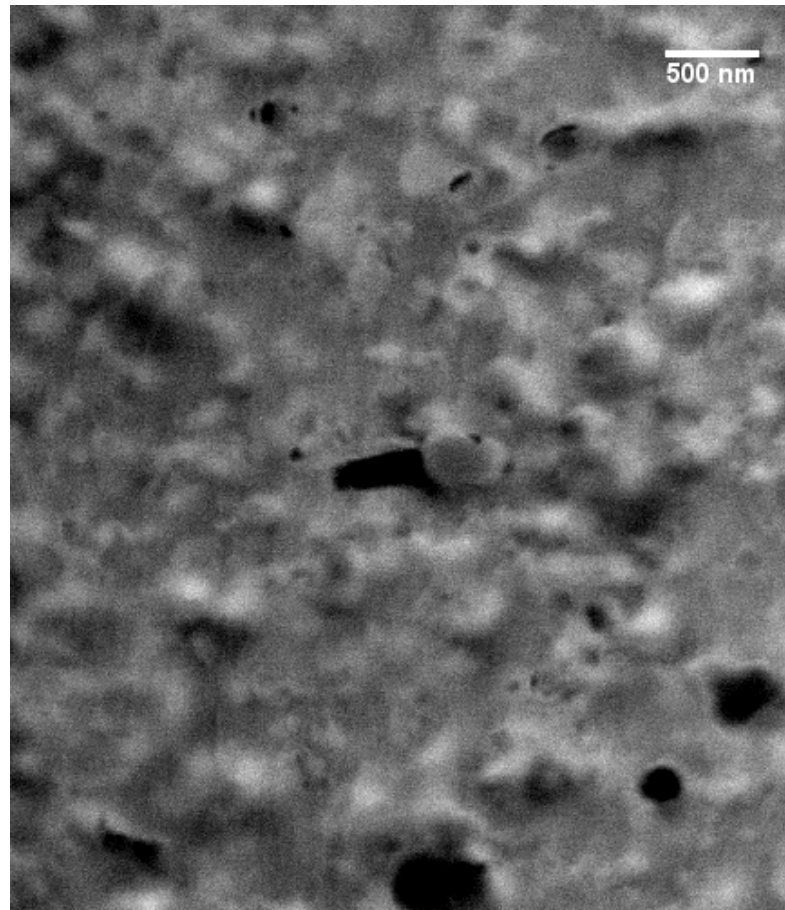
TiO_2 : 150 – 250 nm

Modifiants choc : 40-100 nm

Acc.V	Spot	Magn	Det	WD	2 μm
30.00 kV	3.0	10109x	BSE	11.0	2.0 Torr PVC choc 500nm

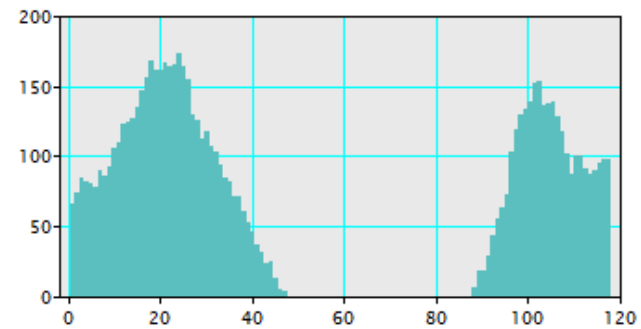
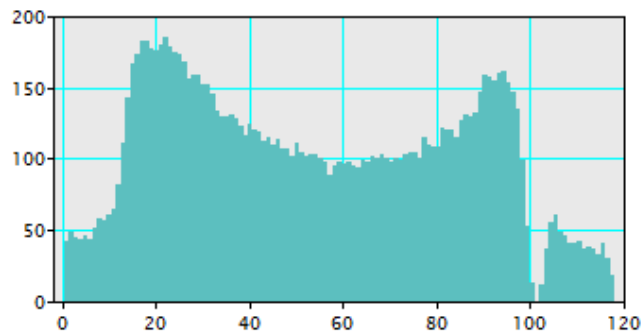
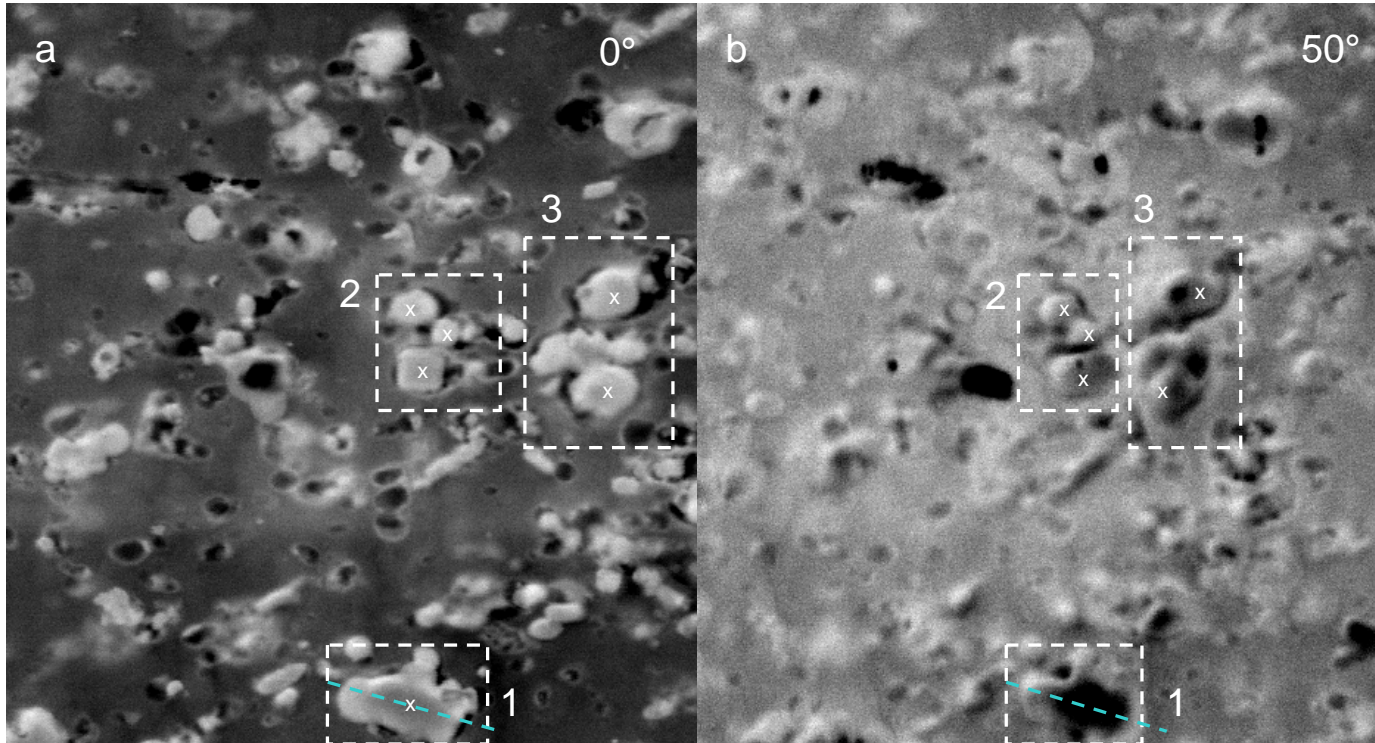
Echantillon : non marqué, épaisseur 500nm déposé sur une grille 200 mesh

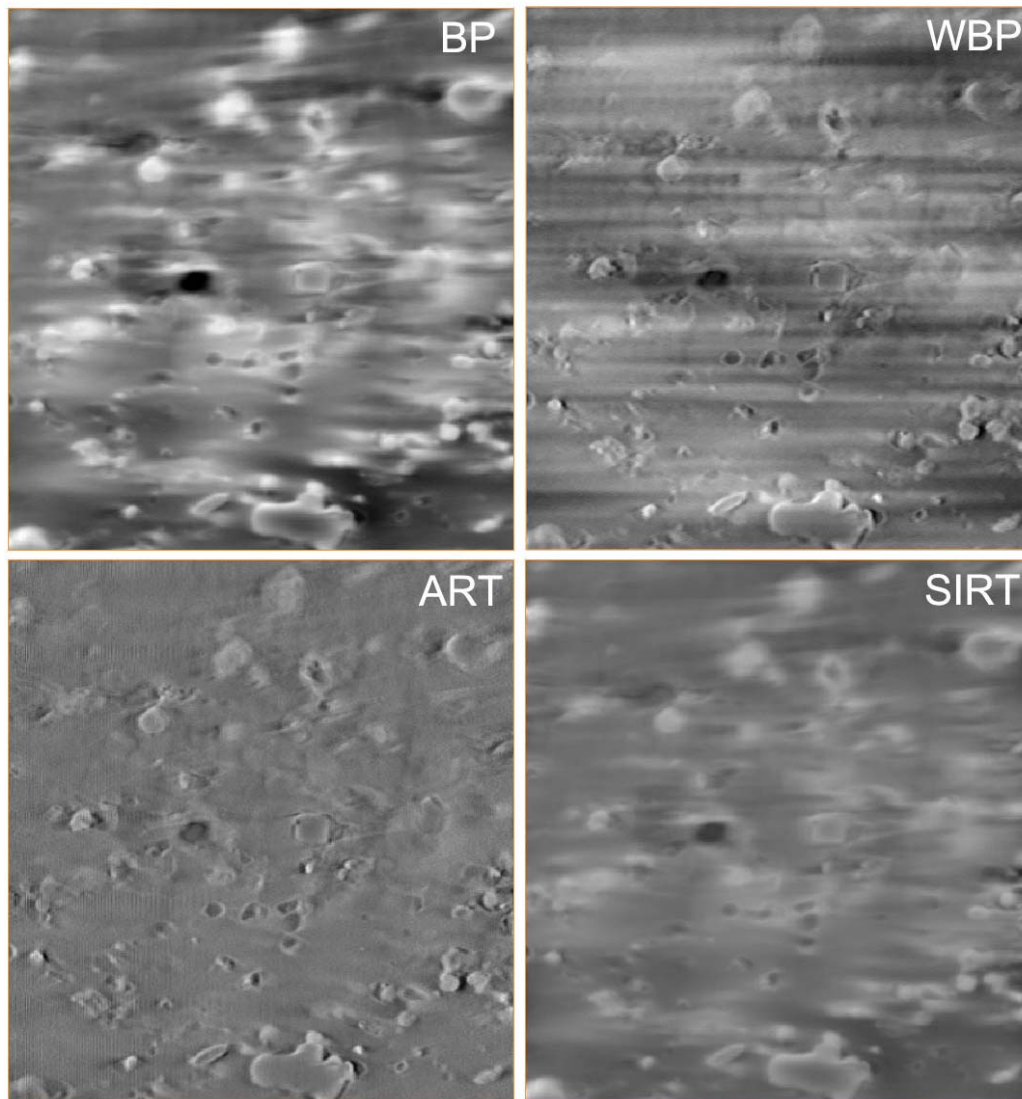
Acquisition : 135 projections (inclinaison $+67^{\circ}/-67^{\circ}$, pas de 1°)



Série alignée (TomoJ et EM3D)

Inversions de contraste





- WBP meilleur que BP, mais présence d'artefacts
- Méthodes itératives meilleures que les directes (artefacts moins visibles)
- ART meilleur que SIRT, probablement parce que SIRT introduit la différence moyenne entre projections expérimentales et calculées

Taille du volume reconstruit : 4,2 x 4,8
x 0,8 μm^3

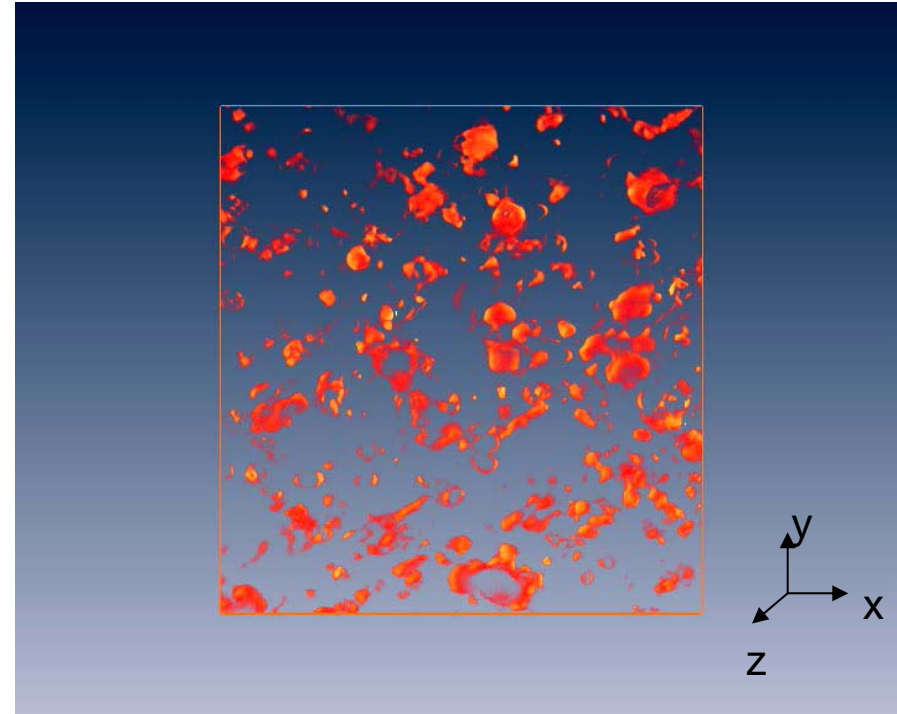
Résolution spatiale : ~ 40 nm

anisotropie

- OK dans le plan (xOy)
- élongation dans la direction z (axe optique)

$$e_{xz} = \sqrt{\frac{\theta_{\max} + \sin \theta_{\max} \cos \theta_{\max}}{\theta_{\max} - \sin \theta_{\max} \cos \theta_{\max}}}$$

Pour $\theta_{\max} = 67^\circ \Rightarrow \underline{e_{xz} = 1,37}$



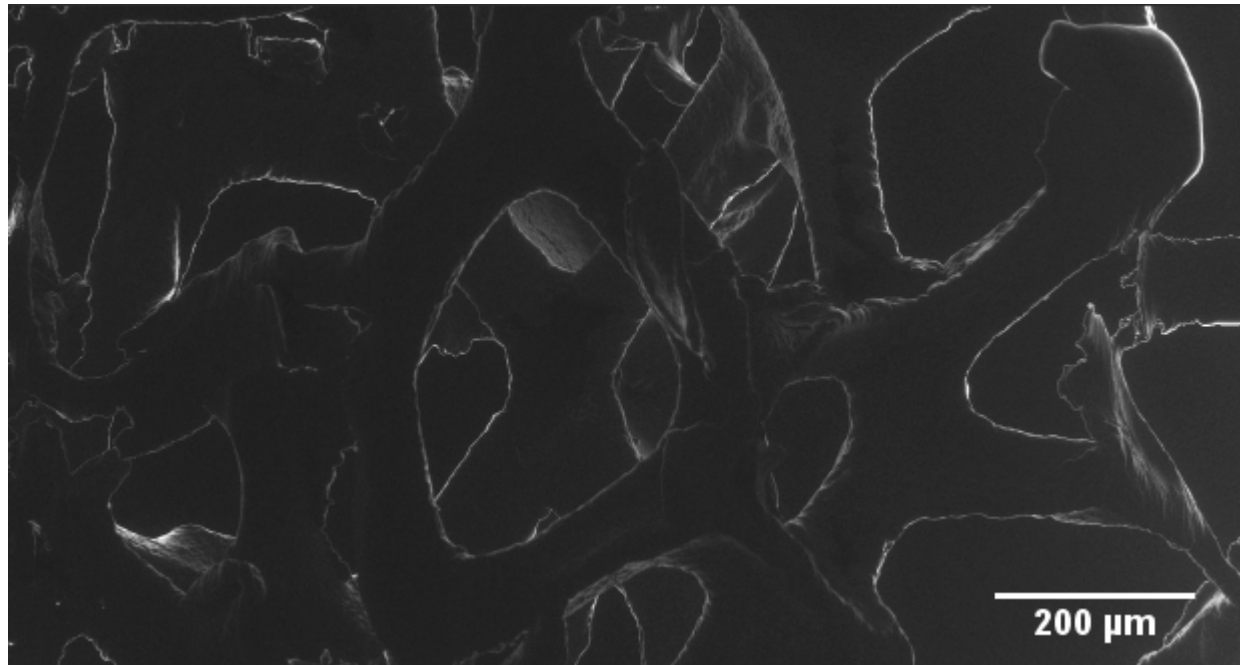
- **Bon compromis entre échelle d'observation et résolution spatiale** : les charges minérales (μm) et les modifiants choc ($< 100 \text{ nm}$) sont observés en même temps dans le volume
- Présence de zones noires à cause de l'inversion de contraste

Imagerie 3D

Mousse Ni-Cr à pores ouverts

Barreaux non transparents aux électrons (trop épais) → noirs

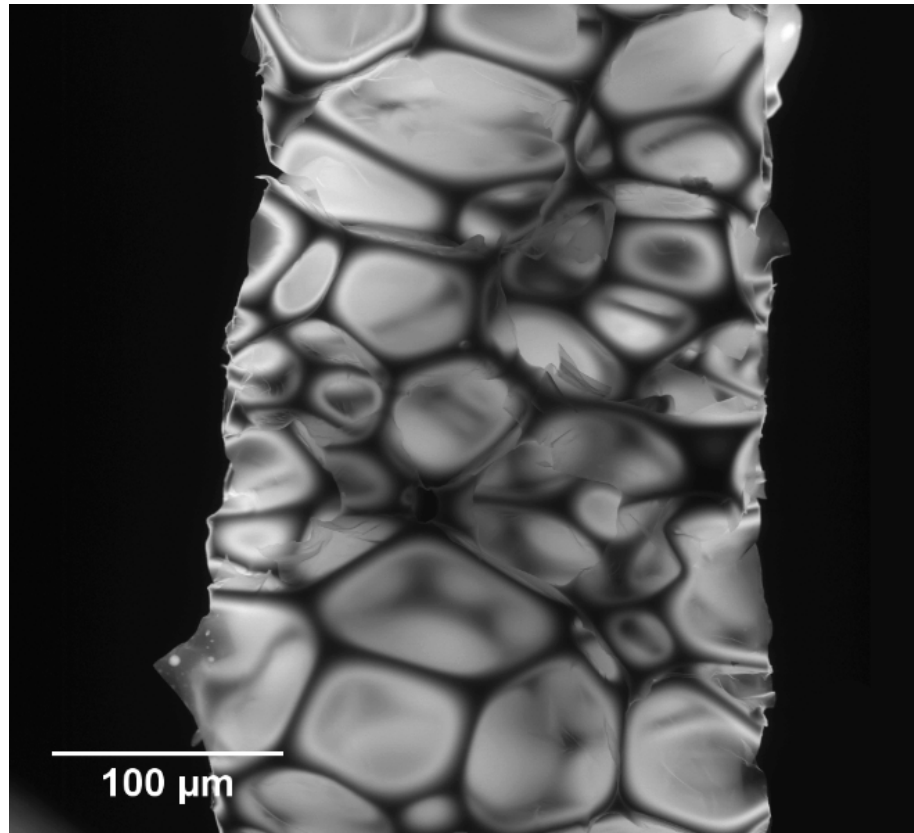
Contraste d'électrons secondaires en incidence rasante → information sur la topographie des barreaux



Mousse Polyuréthane à cellules fermées

Partiellement transparente (barreaux trop épais, parois fines)

- Contraste non géré par les algorithmes de reconstruction
- Information sur la structure 3D des cellules obtenue malgré tout par rotation de l'échantillon



Développement de la tomographie électronique en MEB de manière complémentaire aux techniques existantes

- Dispositif de rotation sur 360°
- Bon contraste, même sur des phases organiques non marquées
- Bon compromis entre échelle d'observation (several μm^3) et résolution (~40 nm)
- Imagerie 3D d'objets épais

En cours :

- Nouveau prototype piézo (meilleure résolution, automatisation)
- Optimisation de la géométrie d'échantillon (bâtonnet préparé par FIB)

Merci pour votre attention !