



Quelques aspects pratiques de la microscopie environnementale : manipulations in-situ.

R. Passas¹, B. Khélifi¹, V. Parry², J. Kreutzer³, P. Kallio³

¹ Grenoble INP-LGP2

² Grenoble INP-SIMAP

³ Tampere University of Technology

Sommaire

- 1 Matériel
- 2 Utilisation de la platine Peltier
- 3 La micro-injection



- 1 -
Le matériel



Détecteurs à disposition

Détecteurs	Mode	Contraste topographique	Contraste chimique
Everhart-Thornley	haut vide	X	
SSD	haut vide + pression variable		X
LFD	pression variable	X	
GSED	environnemental	X	
GBSD	environnemental	X	X

+ Cônes

Certains détecteurs se fixent sous la pièce polaire

=> choix à faire avant les manipulations

Avant toute manipulation en mode ESEM...

Choix du détecteur

GSED : images en électrons secondaires

GBSD : images en électrons rétro-diffusés et en électrons secondaires.

Choix de la tension d'accélération et de la taille de sonde

Tension d'accélération => 12,5 ou 15 kV

Taille de spot => 4 à 5

Choix de la distance de travail

- phénomène de diffusion du faisceau incident
- amplification du signal réémis

Choix de la distance de travail => 8 à 9 mm

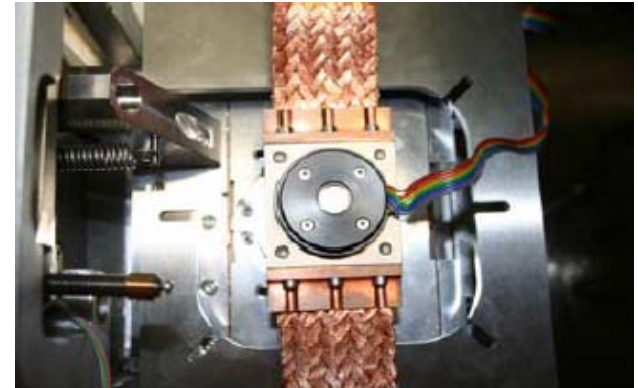
Accessoires

- **Platine Peltier**

Gamme de température : - 5 to 55 °C

Contrôle de température: 0.1 °C

Pas de système externe de refroidissement

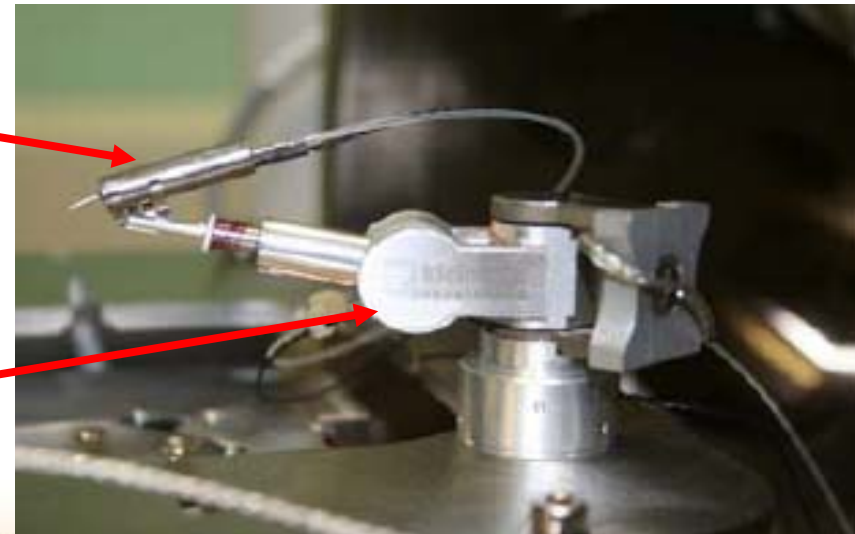


- **micro-injecteur**

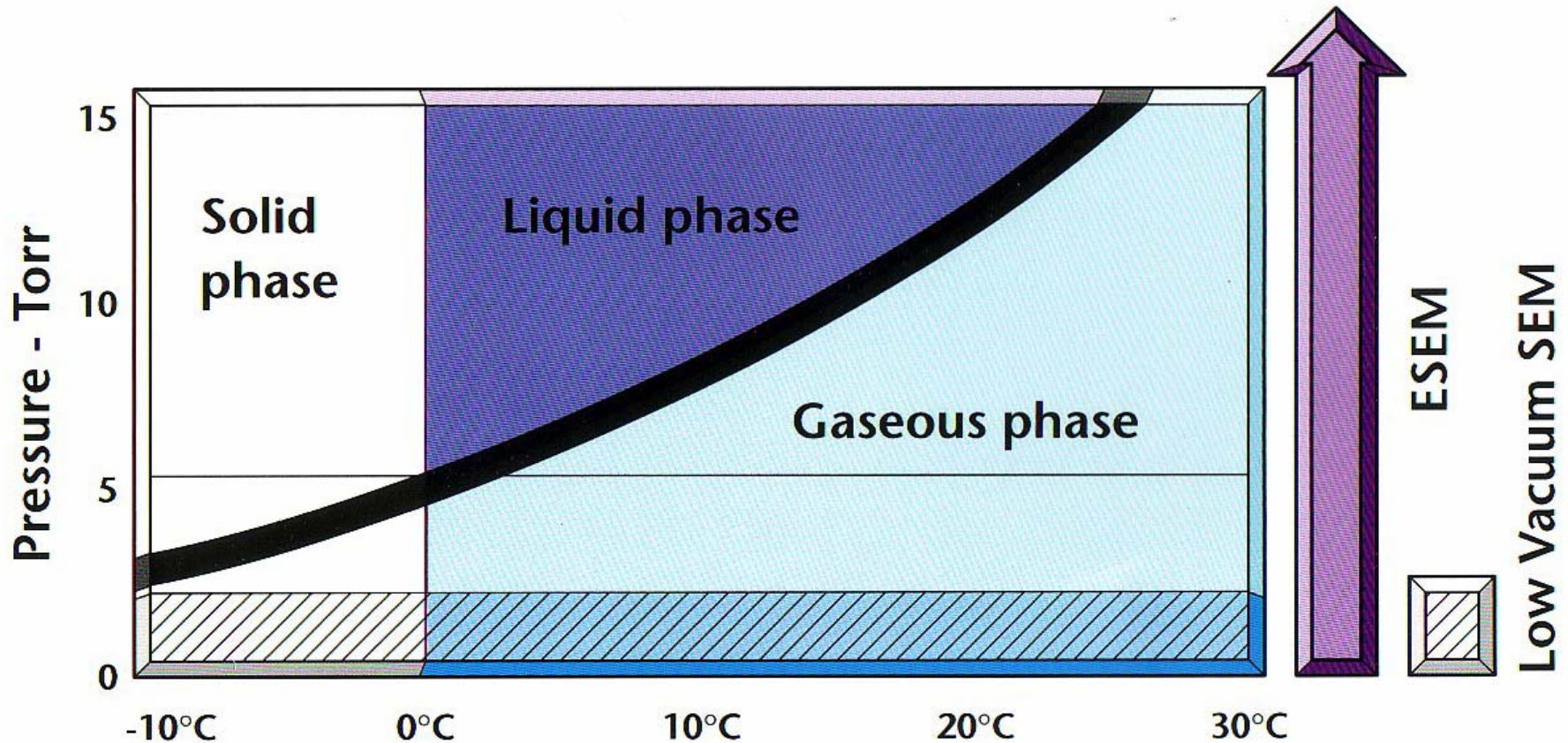
Volume injecté variable

- **Micro-manipulateur**

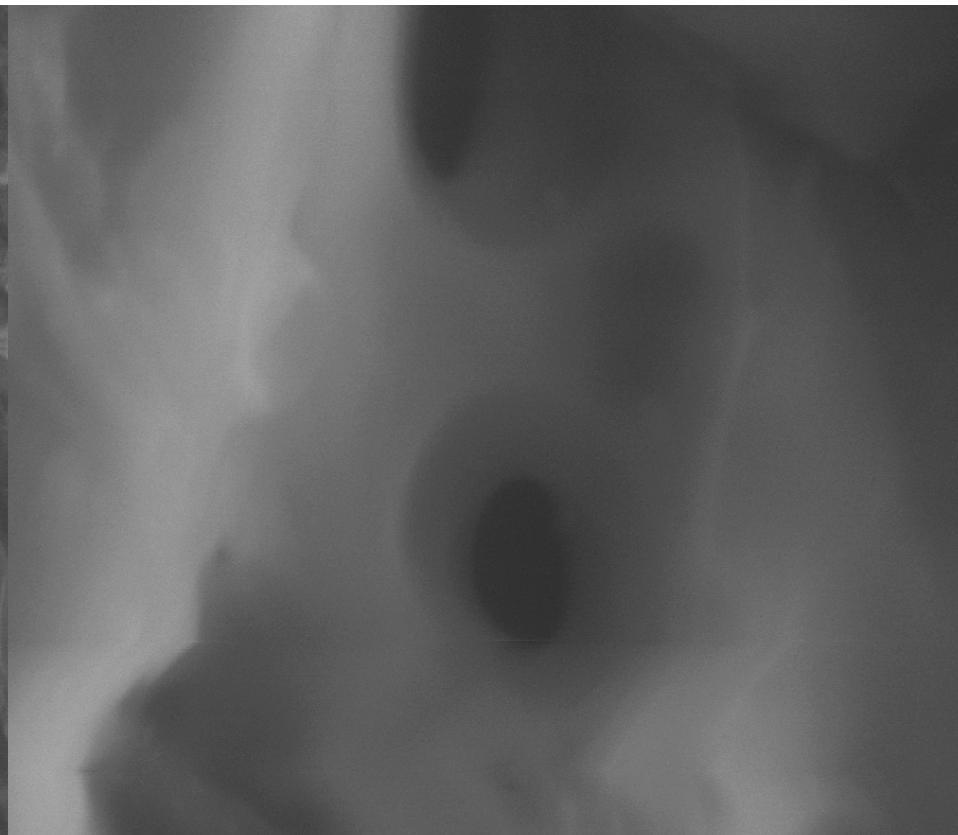
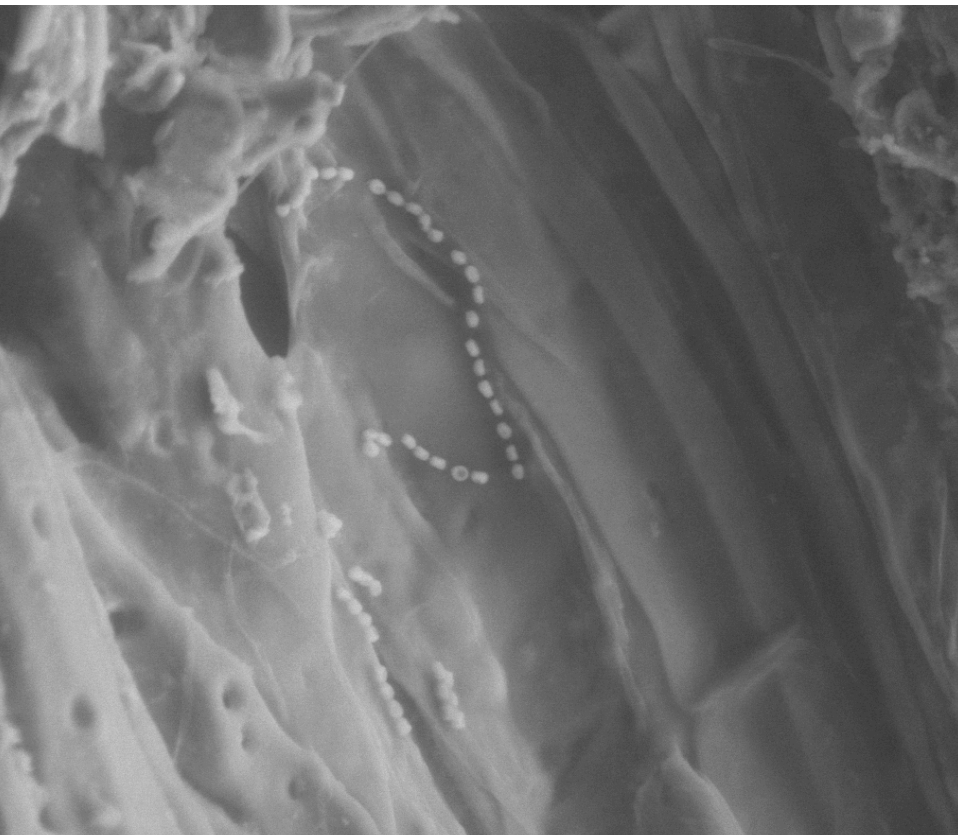
3 axes



Choix du couple pression/température



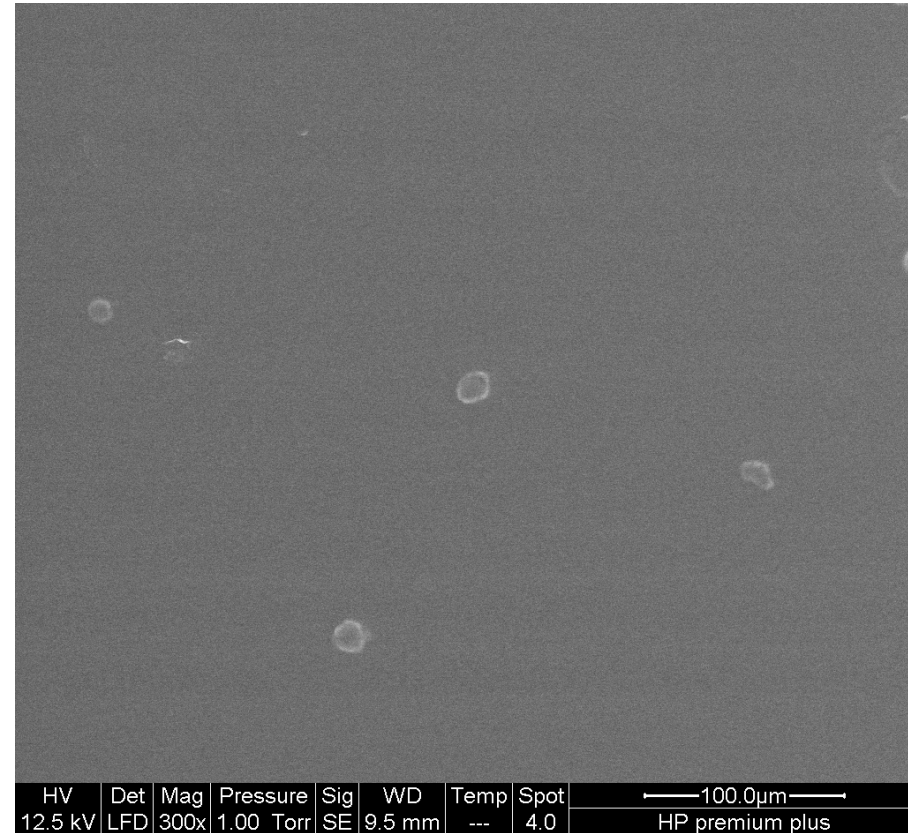
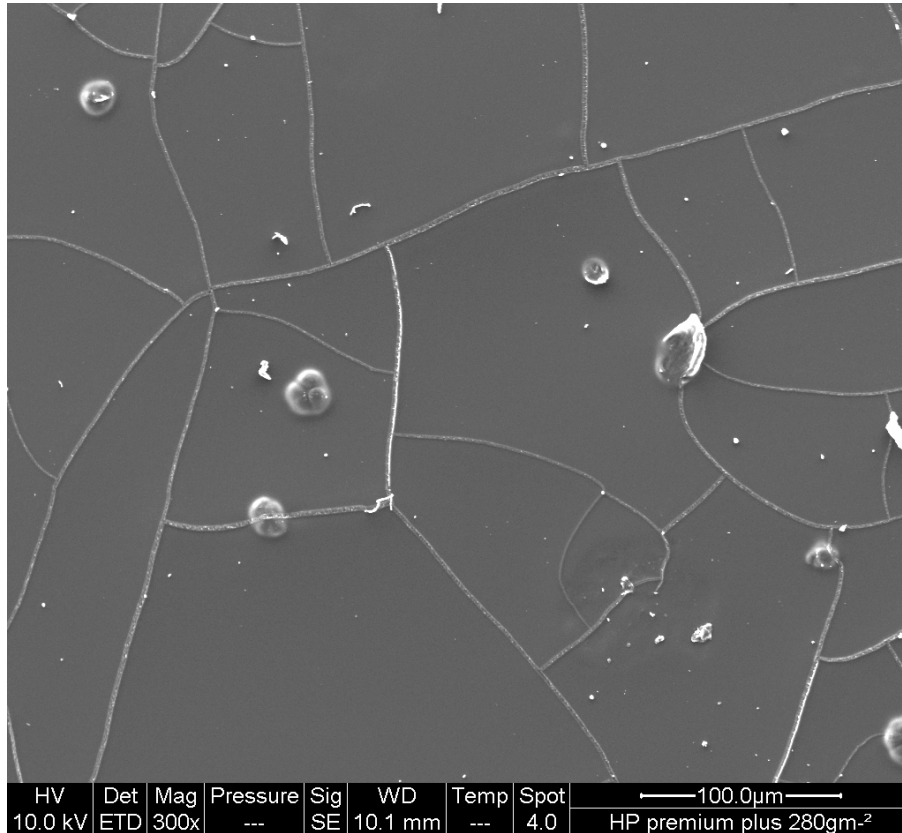
Echantillons poreux de dimensions importantes



HV	Mag	Sig	HFWD	Pressure	Det	Temp	WD	←20.0µm→	HV	Mag	Sig	HFWD	Pressure	Det	Temp	WD	←5.0µm→
15.0 kV	1500x	SE	0.17 mm	2.48 Torr	GSED	---	10.2 mm	COPEAU PM	20.0 kV	10000x	SE	25.60 µm	2.48 Torr	GSED	---	9.9 mm	COPEAU PM

Copeau de bois de pin maritime (10 cm x 5 cm x 1 cm) de surface très irrégulière

Artéfacts de préparation



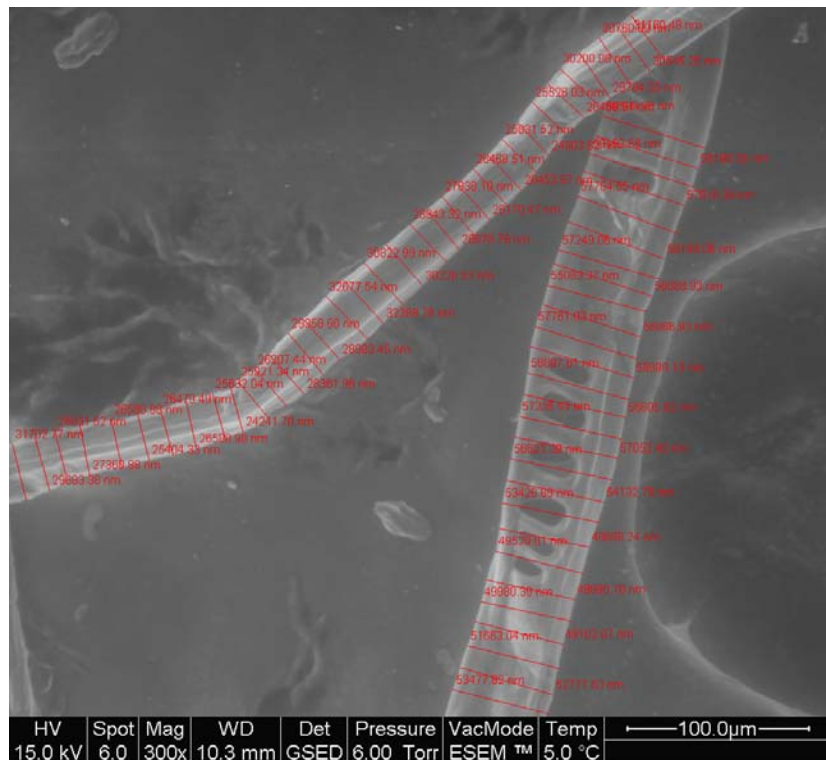
Surface d'un papier jet d'encre

- 2 -

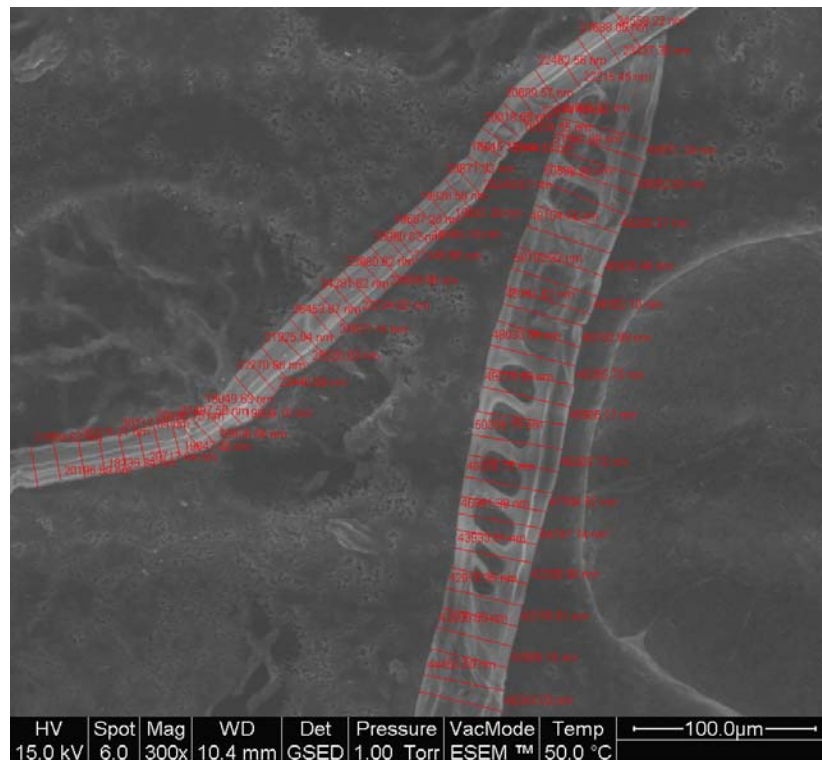
Utilisation de la platine Peltier

Etude du gonflement des fibres

Etat humide



Etat sec

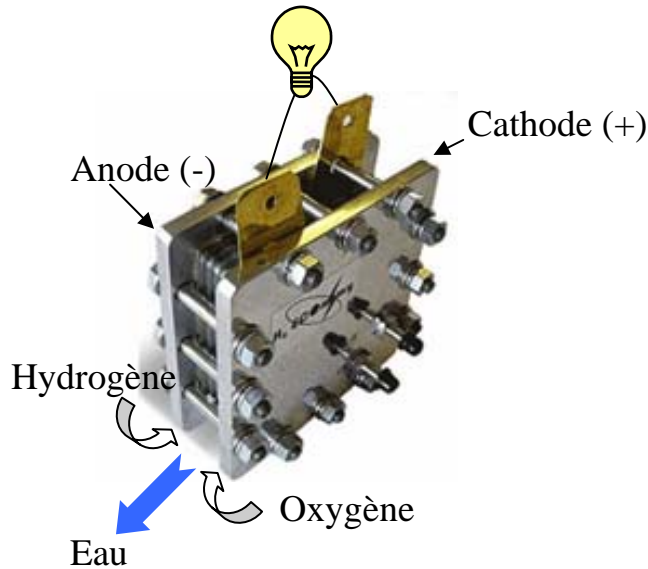


Pâte écrue

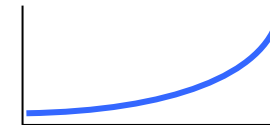
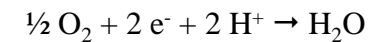
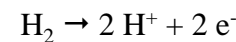
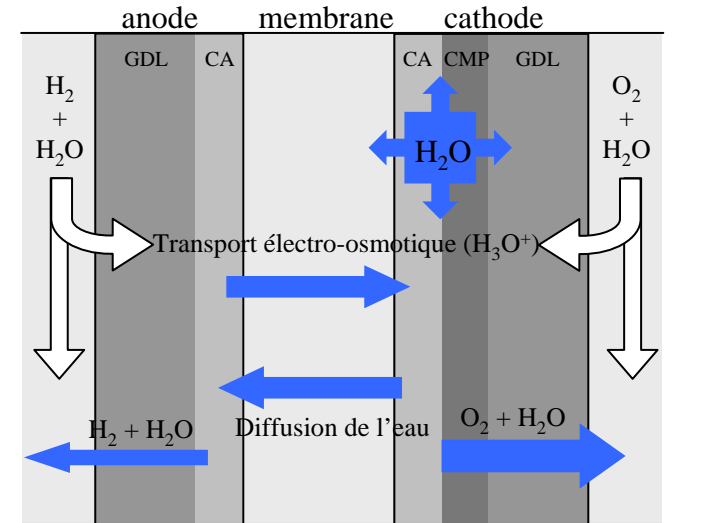
$$C_R = (W_W - W_D) / W_D \quad \left\{ \begin{array}{l} \Rightarrow C_R = 0.25 \text{ pâte écrue} \\ \Rightarrow C_R = 0.15 \text{ pâte blanchie (240 min)} \end{array} \right.$$

Problématique de la gestion des échanges d'eau dans les PEM

PEM : pile à membrane échangeuse de protons



Assemblage Membrane Electrode



Profil de concentration de l'eau



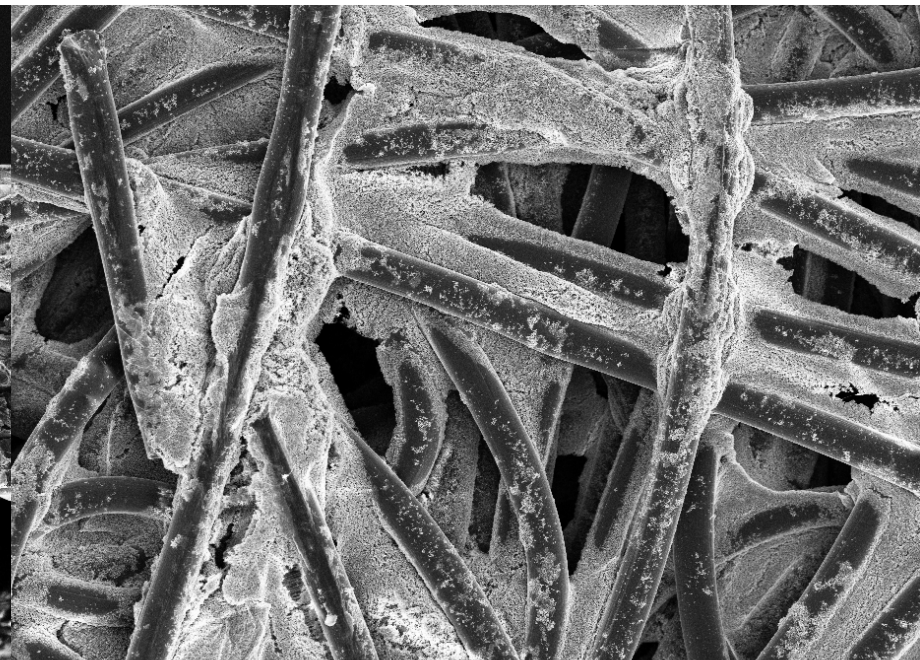
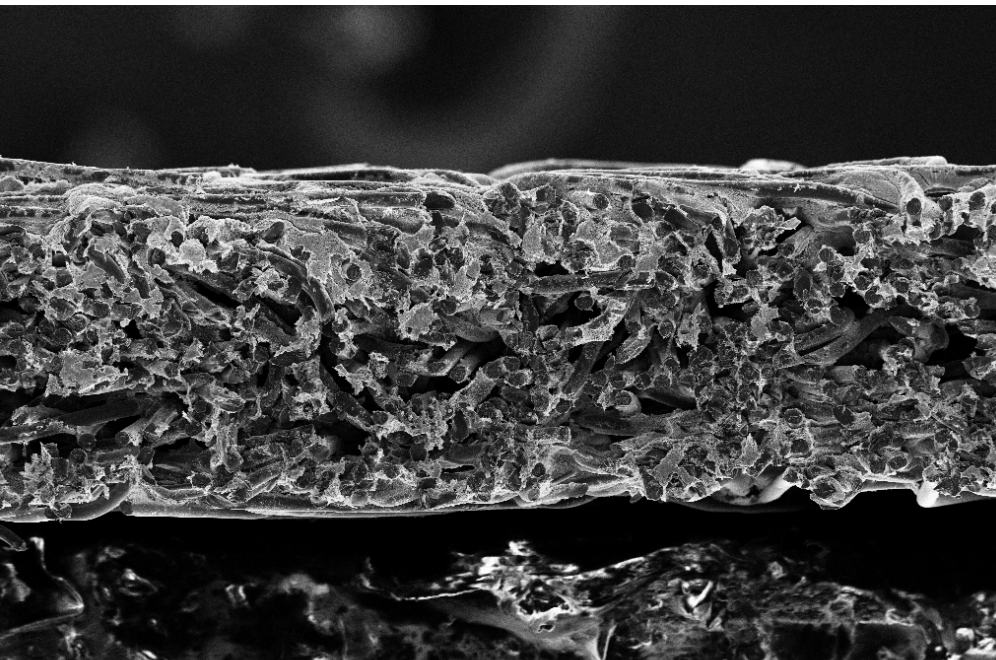
Gestion des échanges d'eau

- Noyage : blocage de l'accès des gaz au catalyseur
- Assèchement : augmentation de la résistance ohmique de la membrane

⇒ Perte de rendement

Electrodes de PEM

- Feutres (épaisseur $\sim 200 \mu\text{m}$) composés de :
- Fibre de carbone (diamètre fibre $\approx 9\text{-}10 \mu\text{m}$)
 - téflon (10% massique)
 - grains de carbone nanométriques



20 μm

Mag = 200 X
EHT = 5.00 kV

Signal A = InLens
WD = 18 mm

Signal B = InLens
Mixing = Off
Signal = 1.000

Date :31 Oct 2007
Time :10:15:52

INPG
CMTC

Mag = 500 X
EHT = 5.00 kV

Signal A = InLens
WD = 18 mm

Signal B = InLens
Mixing = Off
Signal = 1.000

Date :31 Oct 2007
Time :9:59:17

INPG
CMTC

Mesure locale d'angle de contact

Pourquoi ?

Modélisation des phénomènes de transport :
besoin de données d'entrée → **angle de contact**

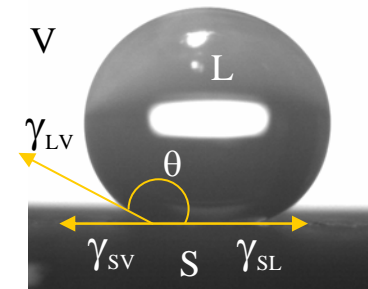
Compréhension des mécanismes de noyage

- noyage par invasion (phase liquide)
- noyage par **condensation** (phase vapeur)

Principe de la mesure d'un angle de contact

Dans le cas d'une **surface lisse et chimiquement homogène** l'angle de contact est donné par la **relation d'Young**

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}}$$



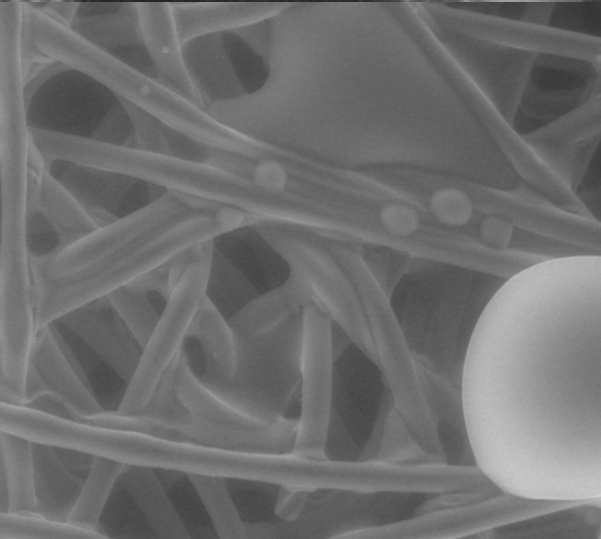
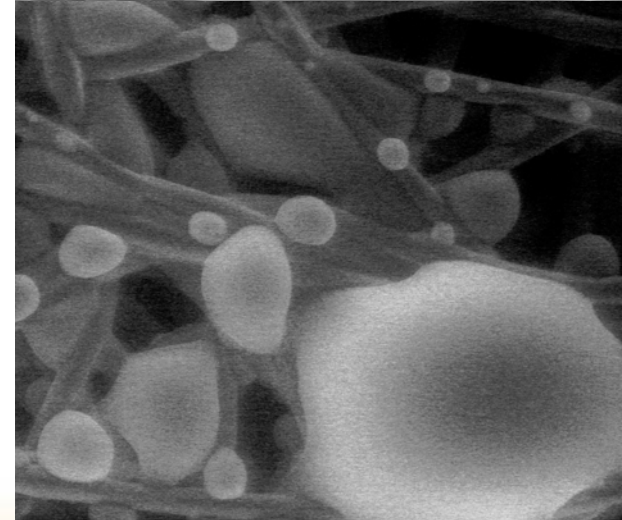
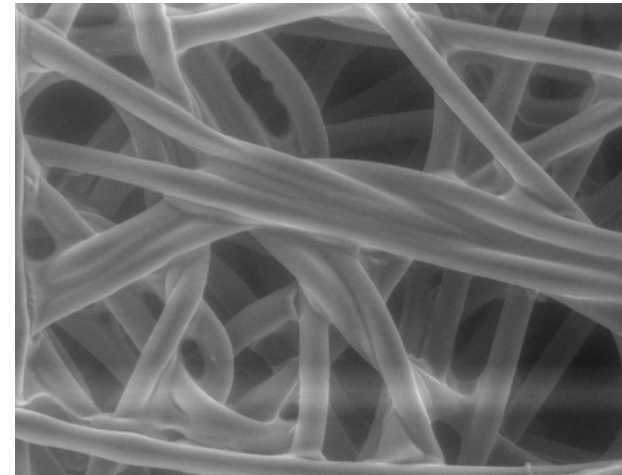
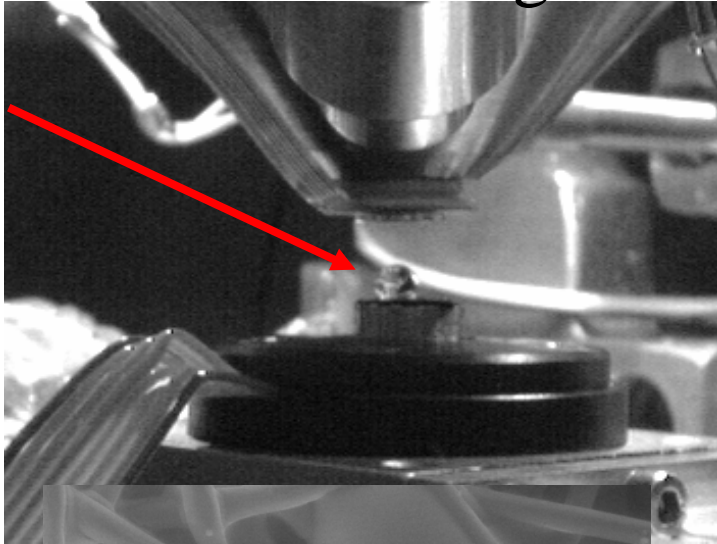
Problématique

Mouillage de **fibre de composition chimique hétérogène**
Exploitation des résultats MEB : **informations 2D d'un objet 3D**

Protocole 1



- Échantillon hydraté avant mise sous vide \Rightarrow séchage ESEM \Rightarrow réhydratation ESEM

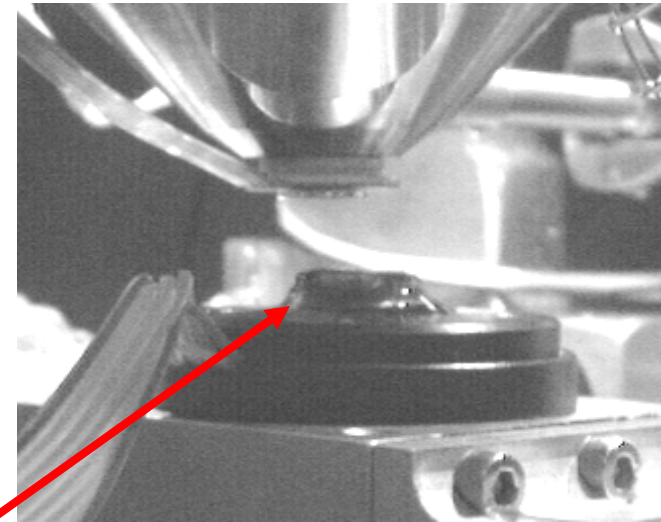


HV 15.0 kV Spot 5.2 Mag 600x WD 10.0 mm Det GSED Pressure 7.00 Torr Temp 3.7 °C
50.0µm
EFGP - PAGORA

HV 15.0 kV Spot 5.2 Mag 600x WD 10.1 mm Det GSED Pressure 8.00 Torr Temp 3.4 °C
50.0µm
EFGP - PAGORA

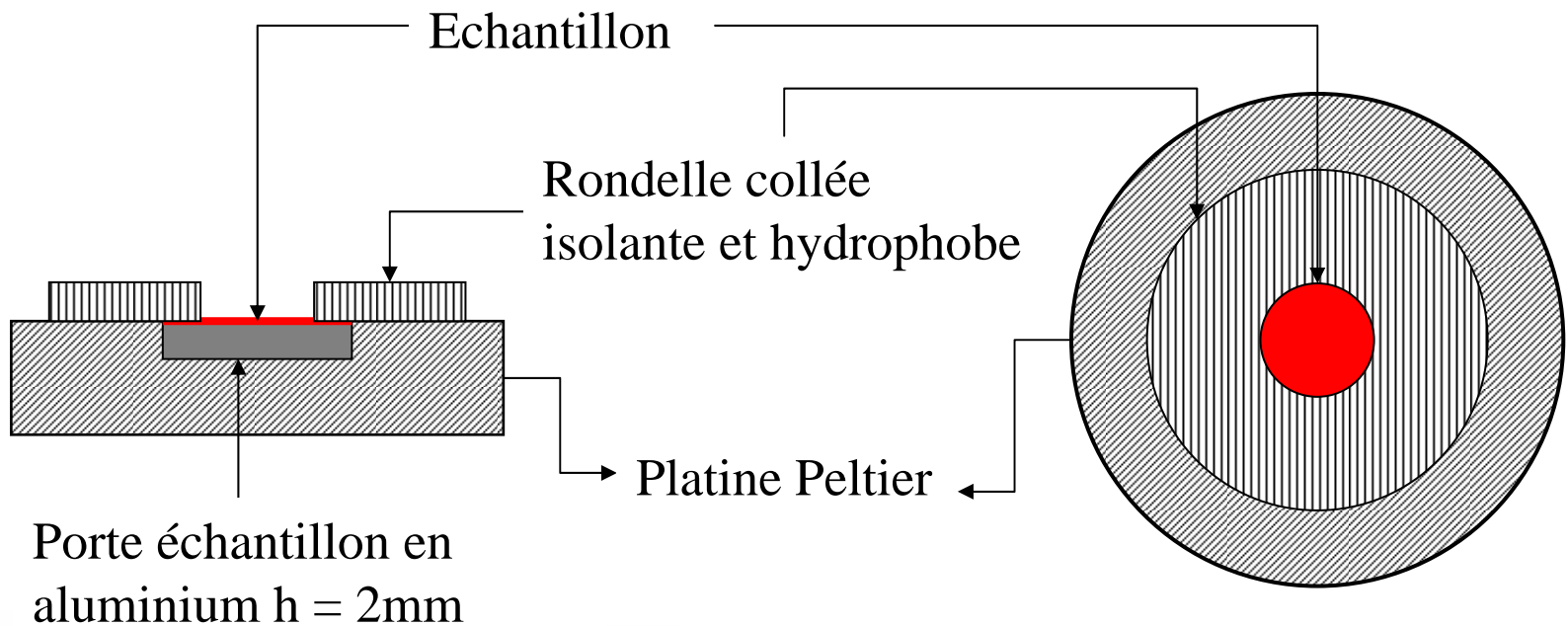
Protocole 1 : inconvenients

- Réhydratation non uniforme
 - Pas de réhydratation observée au centre de l'échantillon
 - Gouttelettes sur les bords
- Matériel
 - Perte de contrôle de la platine Peltier
 - Impossibilité d'obtenir une température inférieure à 5°C car formation d'un ménisque



Modification de la platine

Une rondelle **isolante** et hydrophobe est collée sur le porte échantillon afin de **limiter la condensation autour** de l'échantillon et la formation du ménisque

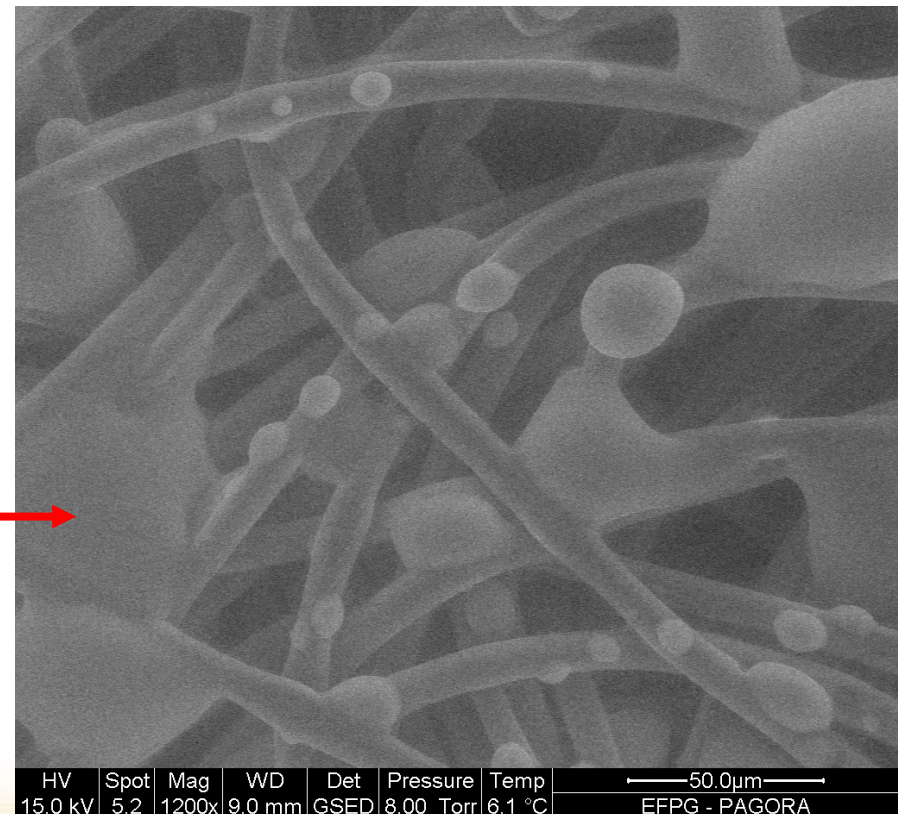


Protocole final

- 1) Introduction de l'échantillon sec
- 2) $T = 3^{\circ}\text{C}$, $P = 800 \text{ Pa}$: hydratation rapide ou $T = 6^{\circ}\text{C}$, $P = 800 \text{ Pa}$: hydratation lente
- 3) $T = 8^{\circ}\text{C}$, $P = 1064 \text{ Pa}$: séchage lent

Attention

Phénomène de flaque à éviter car
percolation de l'eau à travers le matériau

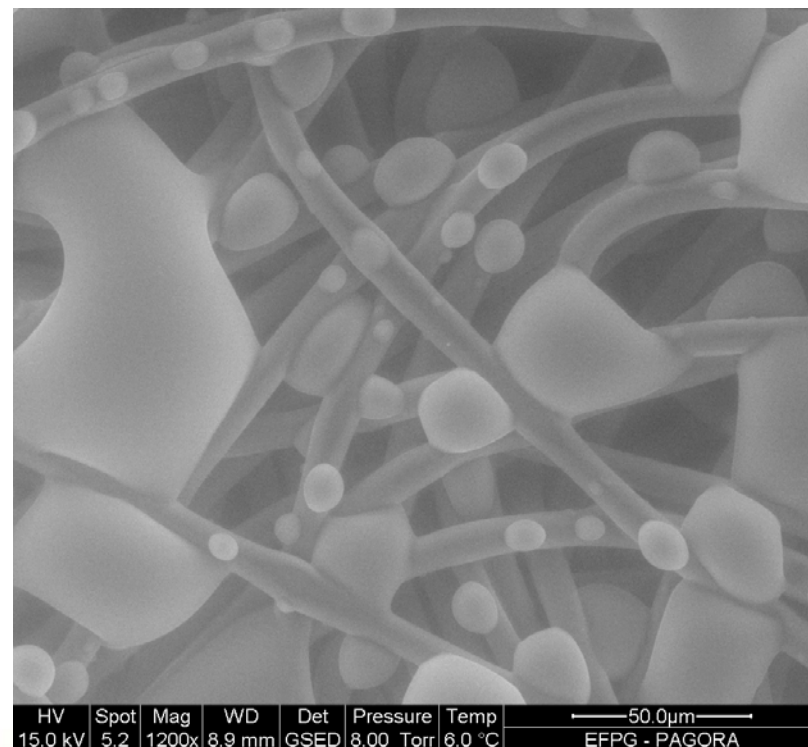
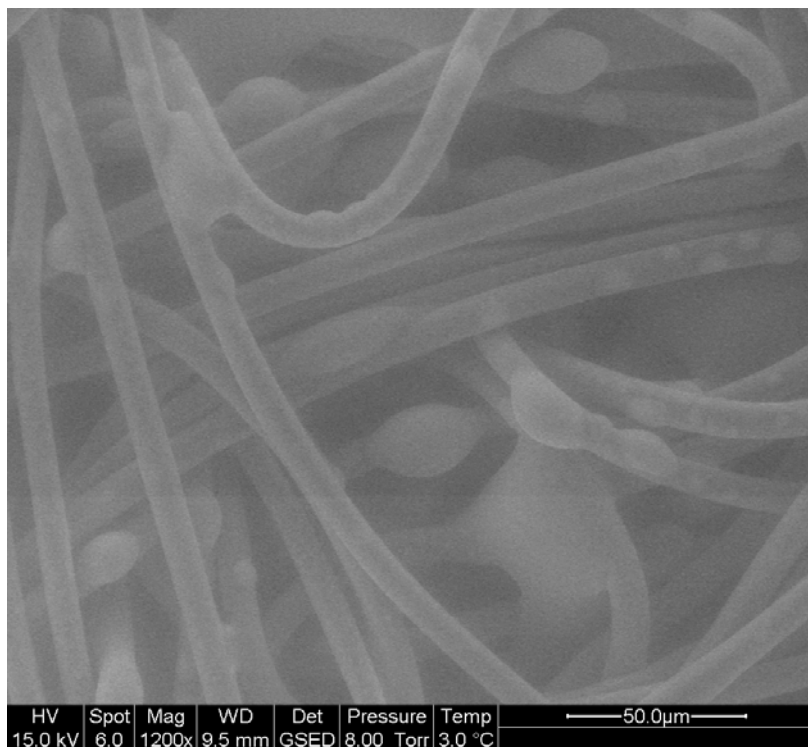


Visualisation des sites de condensation

- Comparaison avec et sans agent hydrophobe

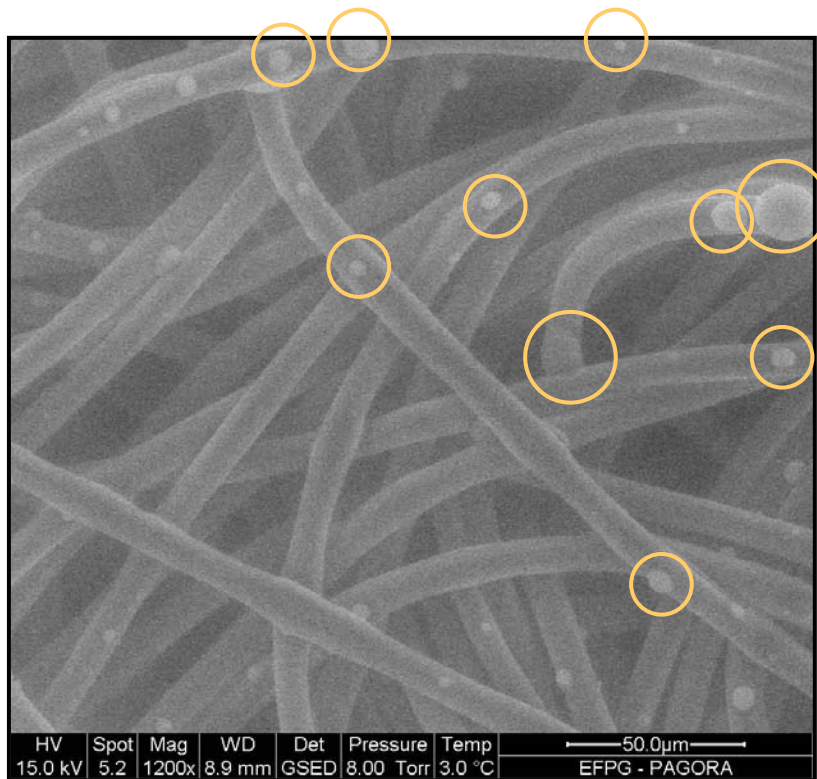
sans Téflon

avec Téflon

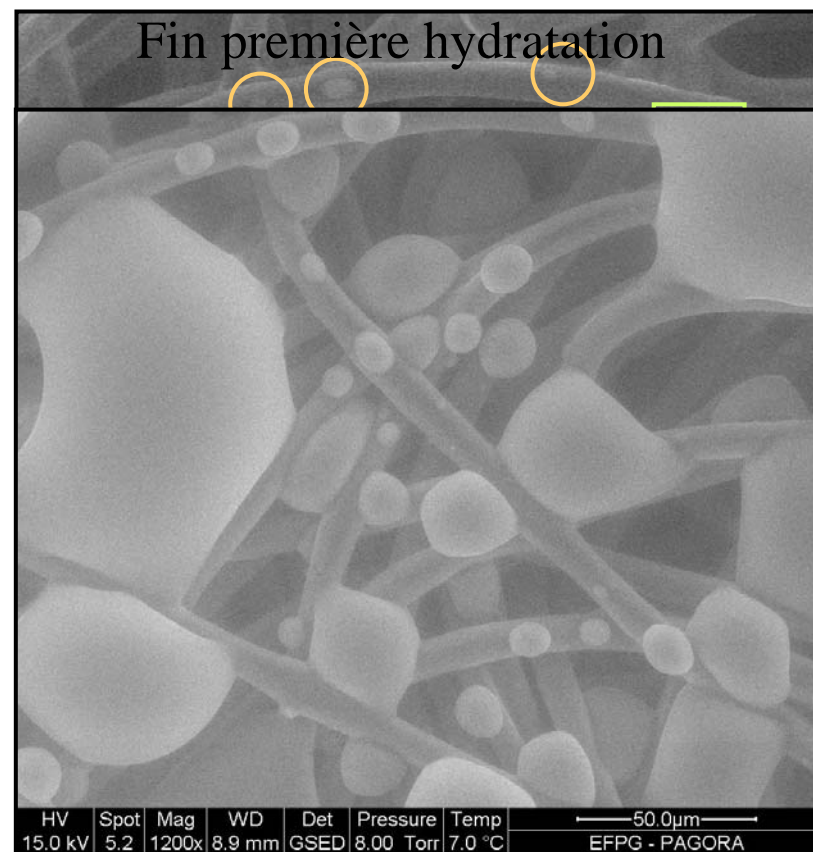


Visualisation des sites de condensation

Début première hydratation

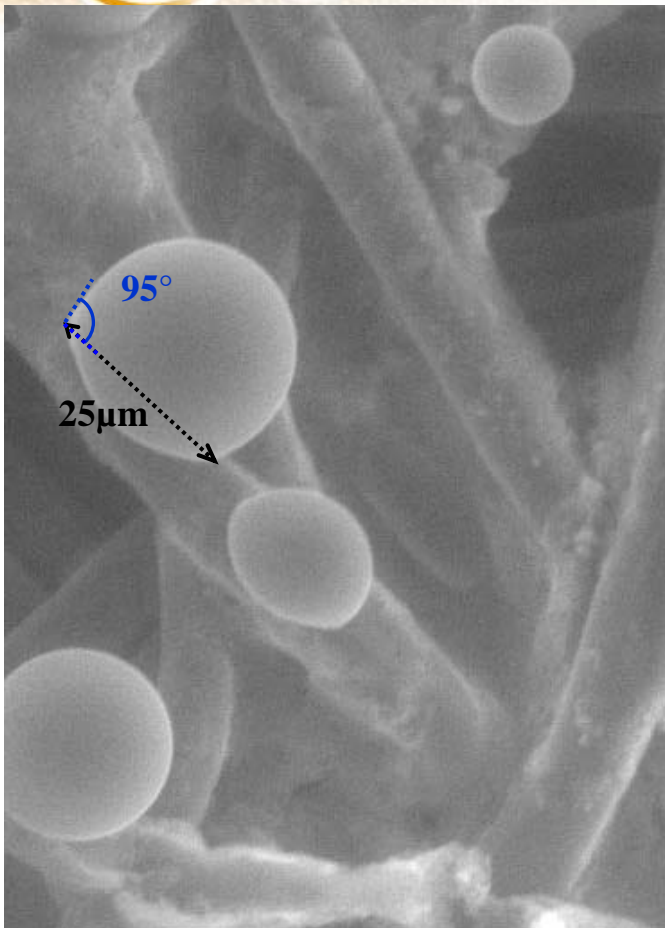


Début seconde hydratation

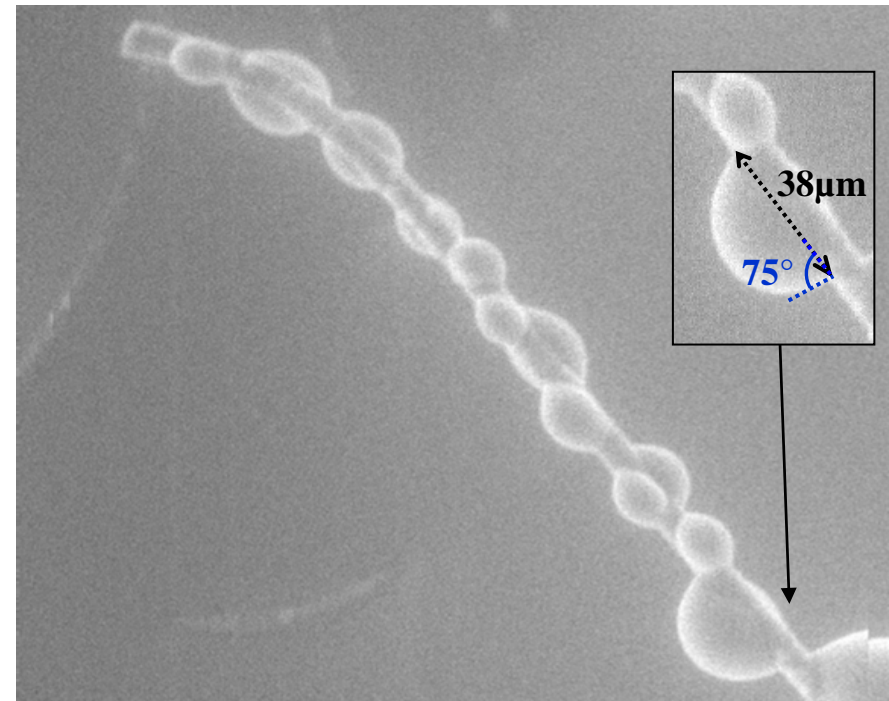


Défauts hydrophiles + zones préalablement fortement hydratées

Mesure locale d'un angle de contact



Fibre de carbone avec téflon

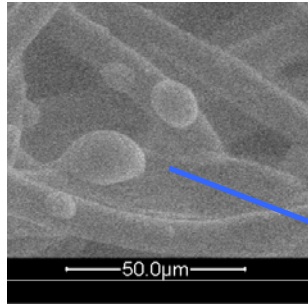


Fibre de carbone sans téflon

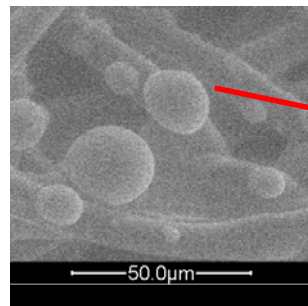
Valeurs comparables avec celles obtenues par mesures de sorption capillaire

Cinétique de condensation

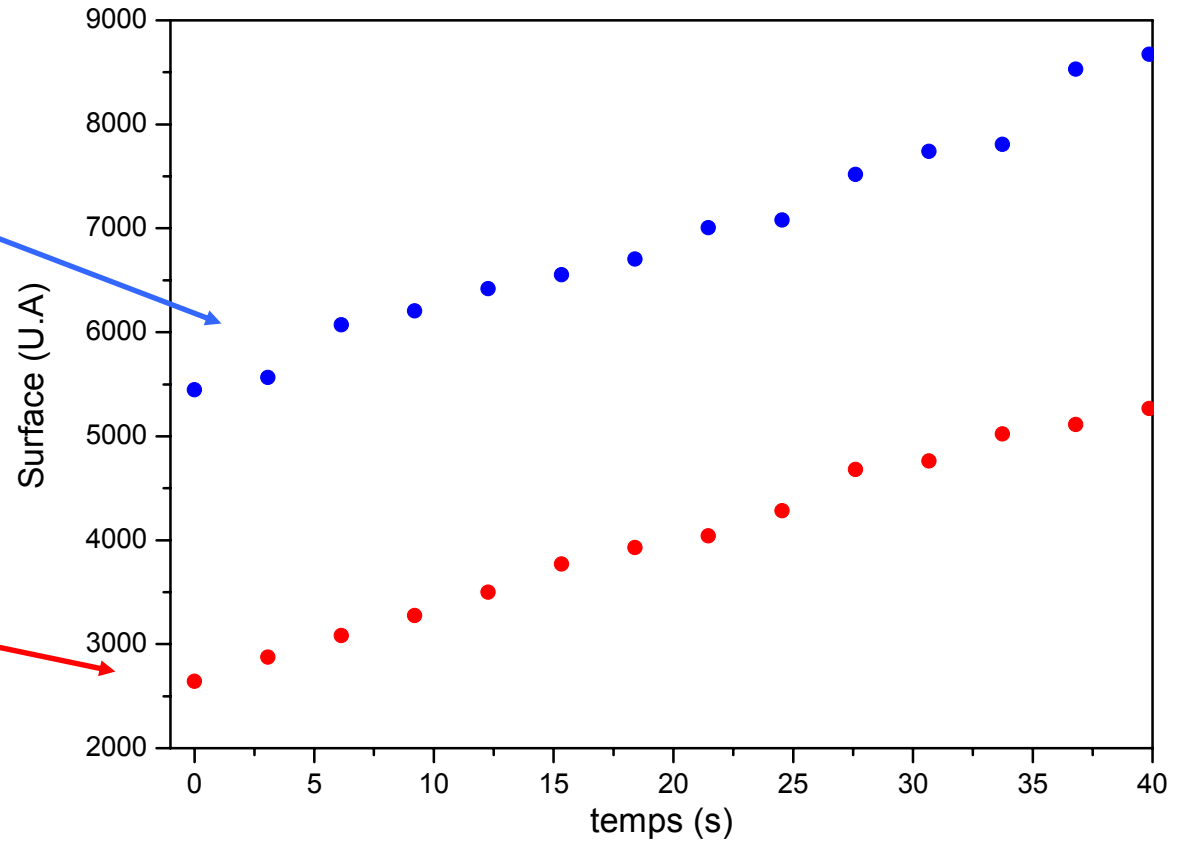
Évolution de la surface apparente en fonction du temps



$t = 0s$



$t = 40s$

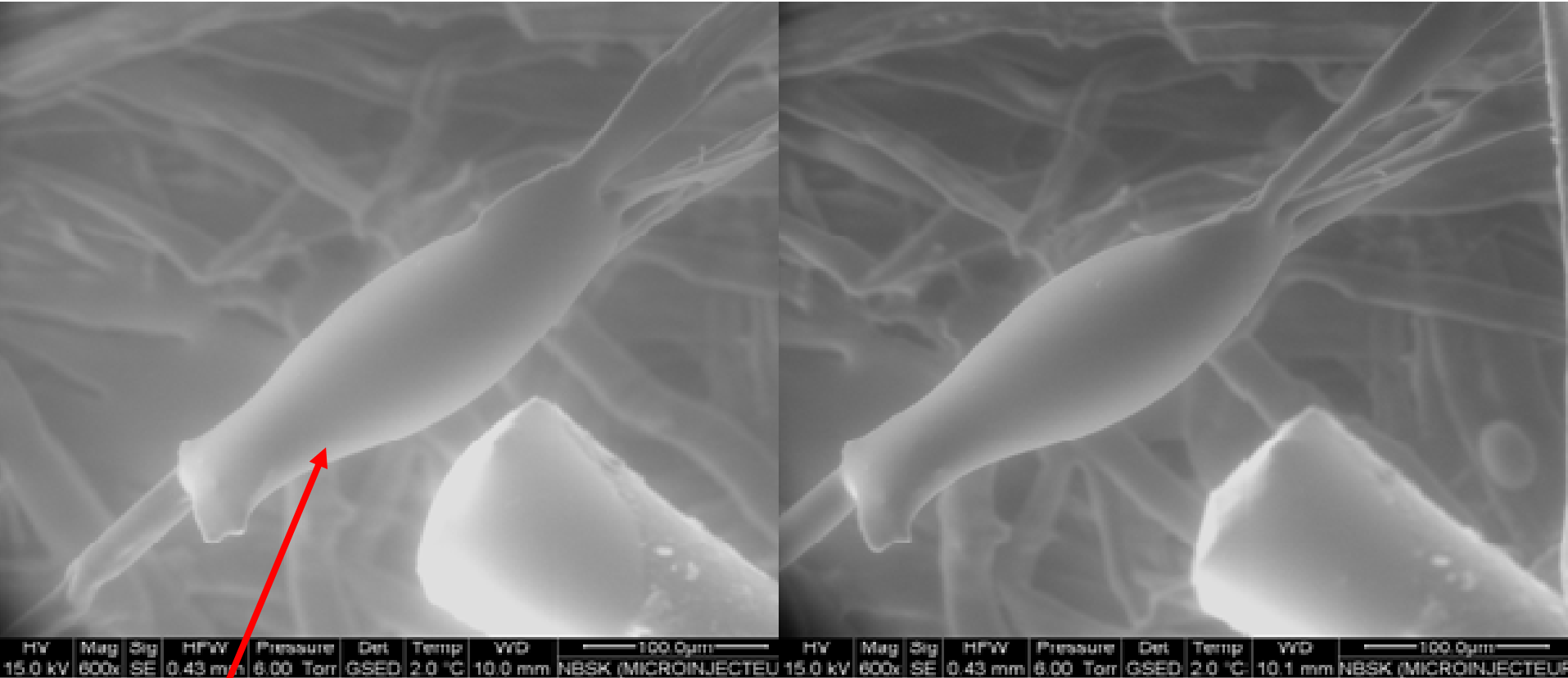


Quelle peut-être l'exploitation de telle courbe ?

- 3 -

La micro-injection

Blanchiment in-situ

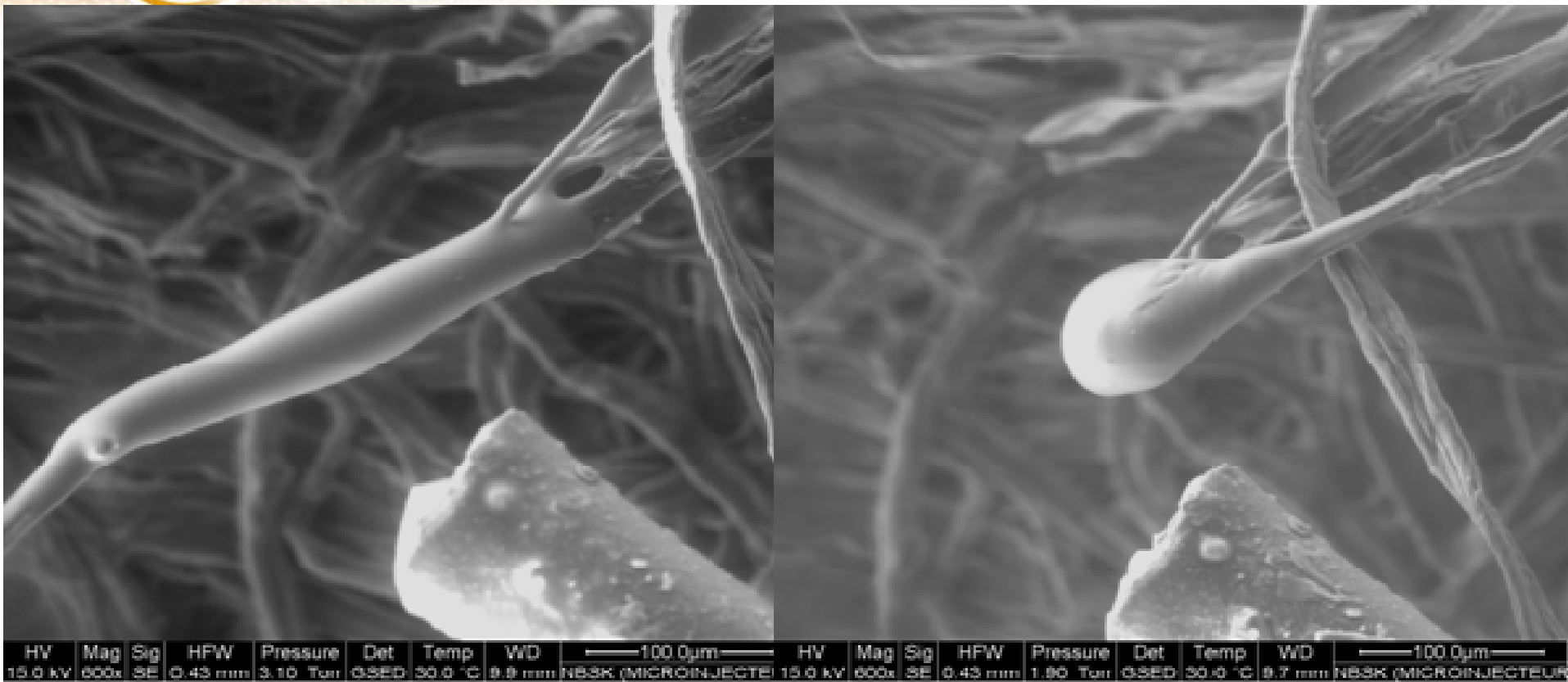


KMnO₄+acide
sulfurique

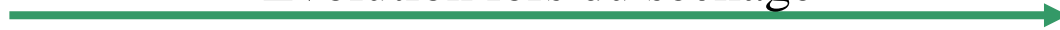
Evolution de la réaction sur la fibre hydratée

Collaboration avec M. Trentin (FEI)

Blanchiment in-situ



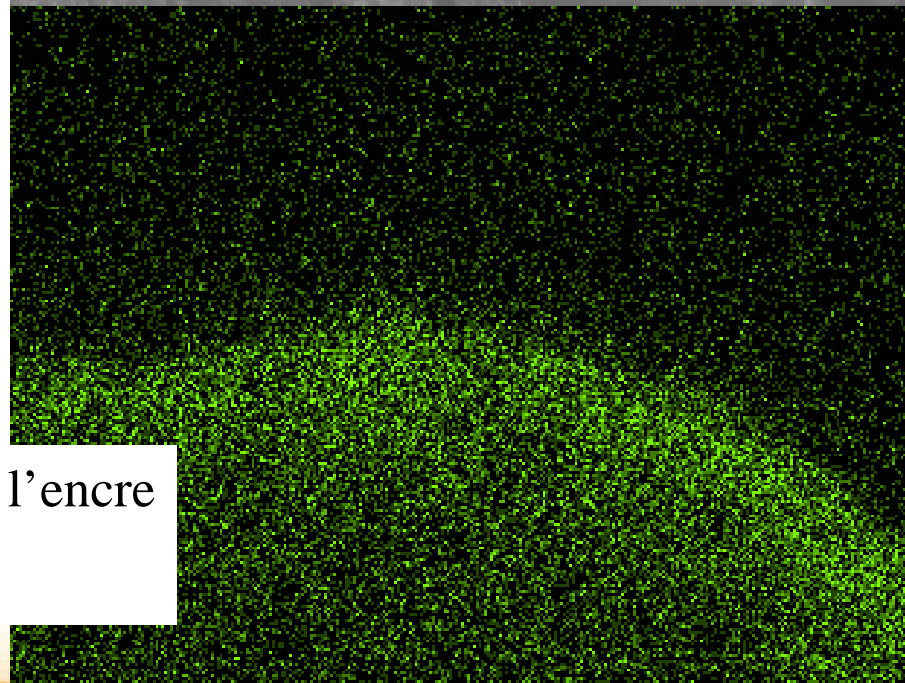
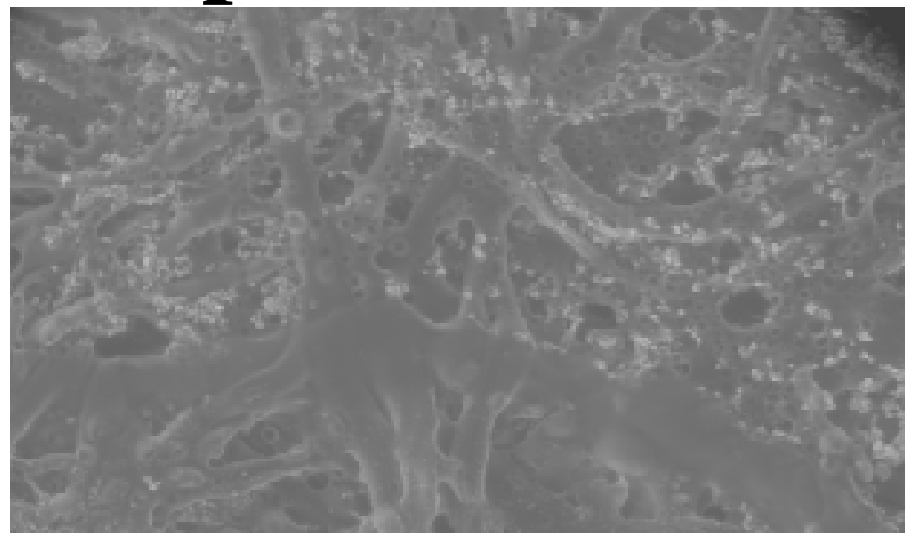
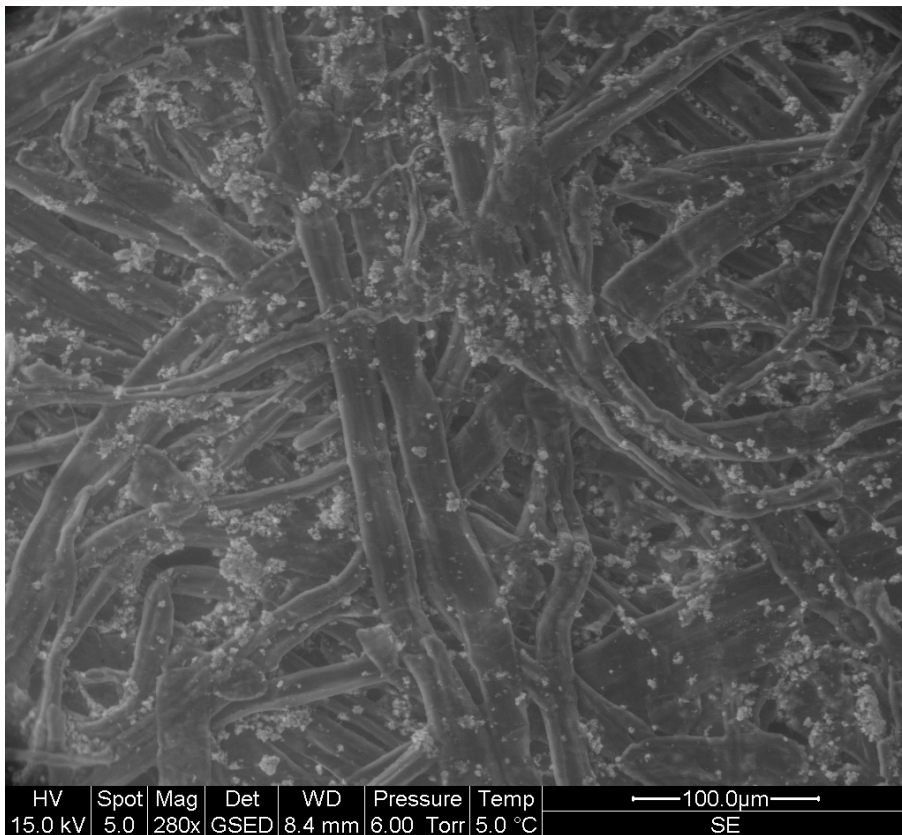
Evolution lors du séchage



Visualisation d'un coude suite à une action chimique non symétrique

Collaboration avec M. Trentin (FEI)

Essais imprimabilité



=> Vitesse d'absorption et/ou d'étalement de l'encre

=> Migration de l'élément soufre



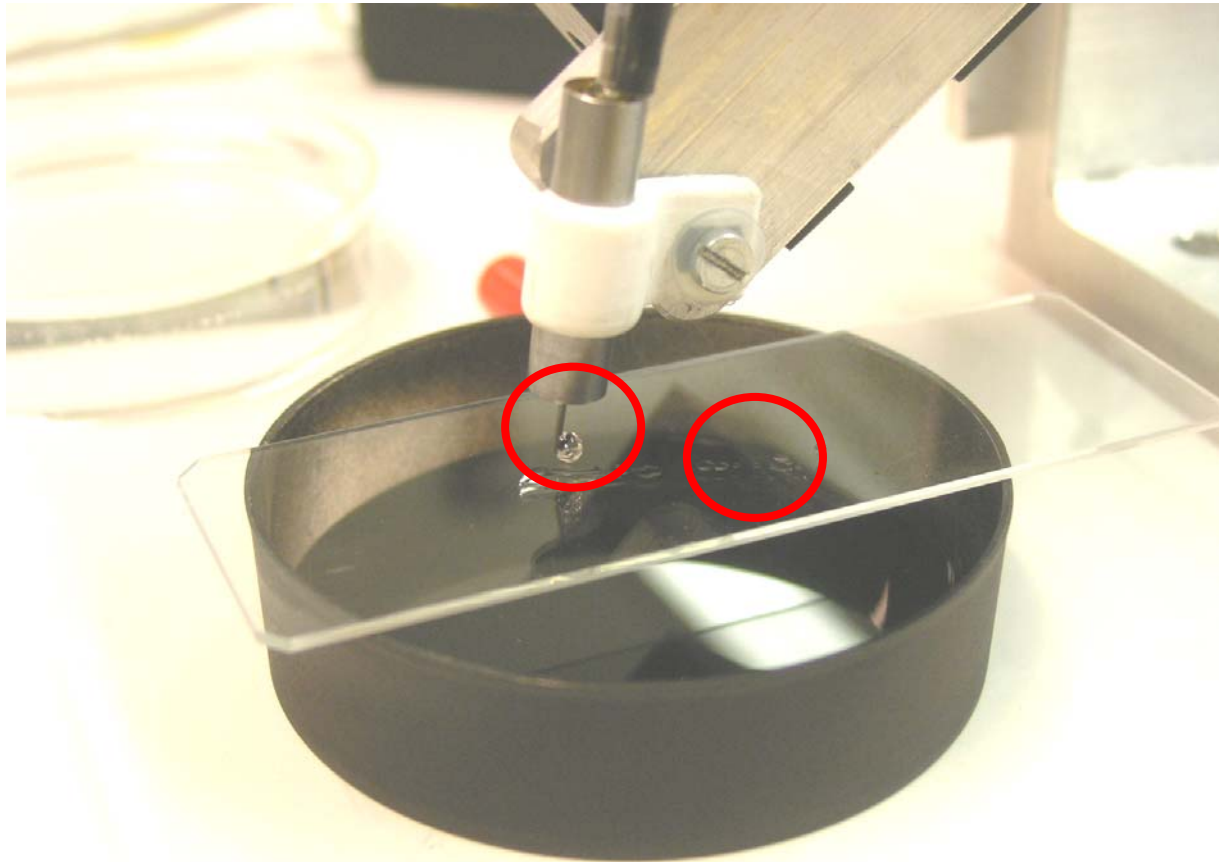
Vers une meilleure utilisation du micro-injecteur...

En collaboration avec J. Kreutzer & P. Kallio - TUT



TAMPERE UNIVERSITY OF TECHNOLOGY
Department of Automation Science and Engineering

Problèmes rencontrés



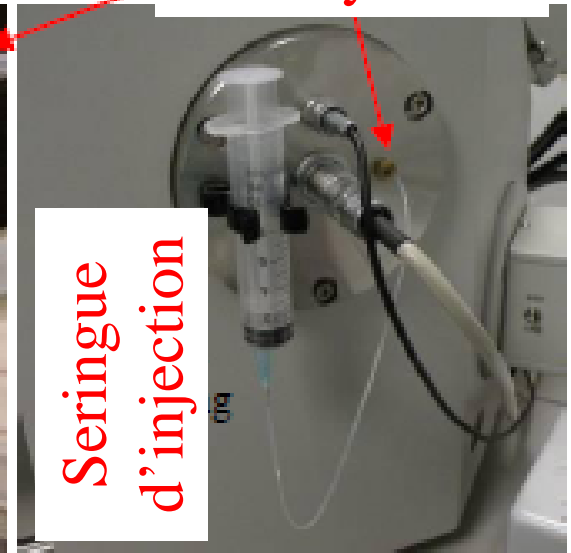
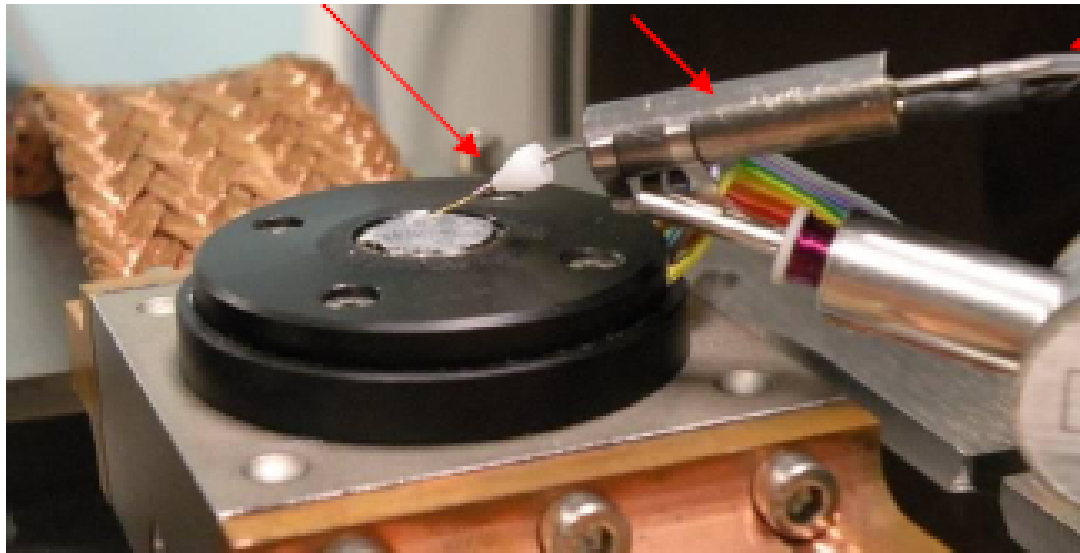
Formation de gouttes satellites et problème de mouillabilité

Systeme actuel

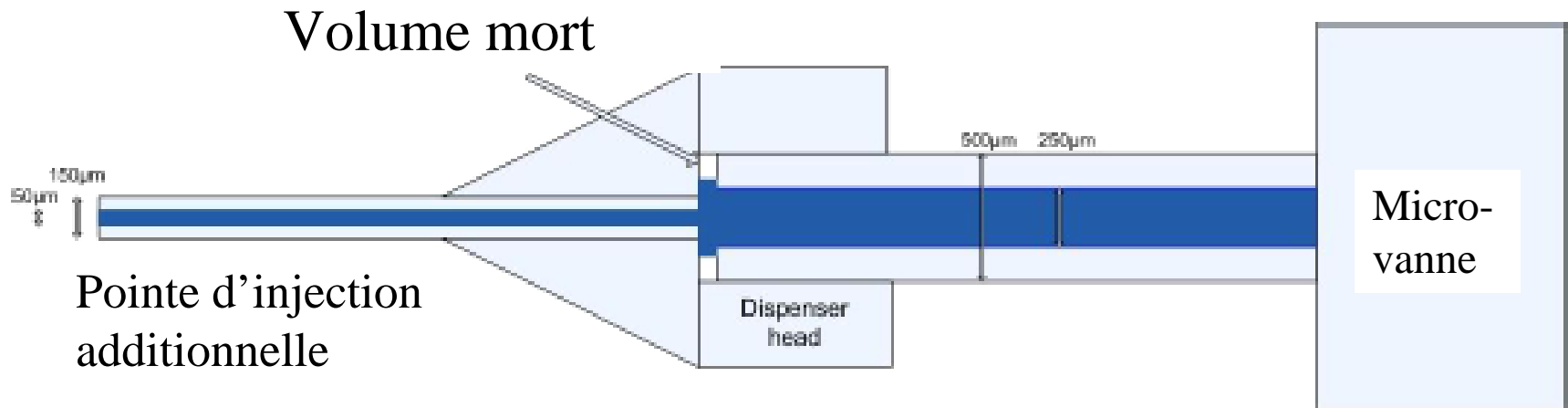
Tête d'injection

Micro-vanne

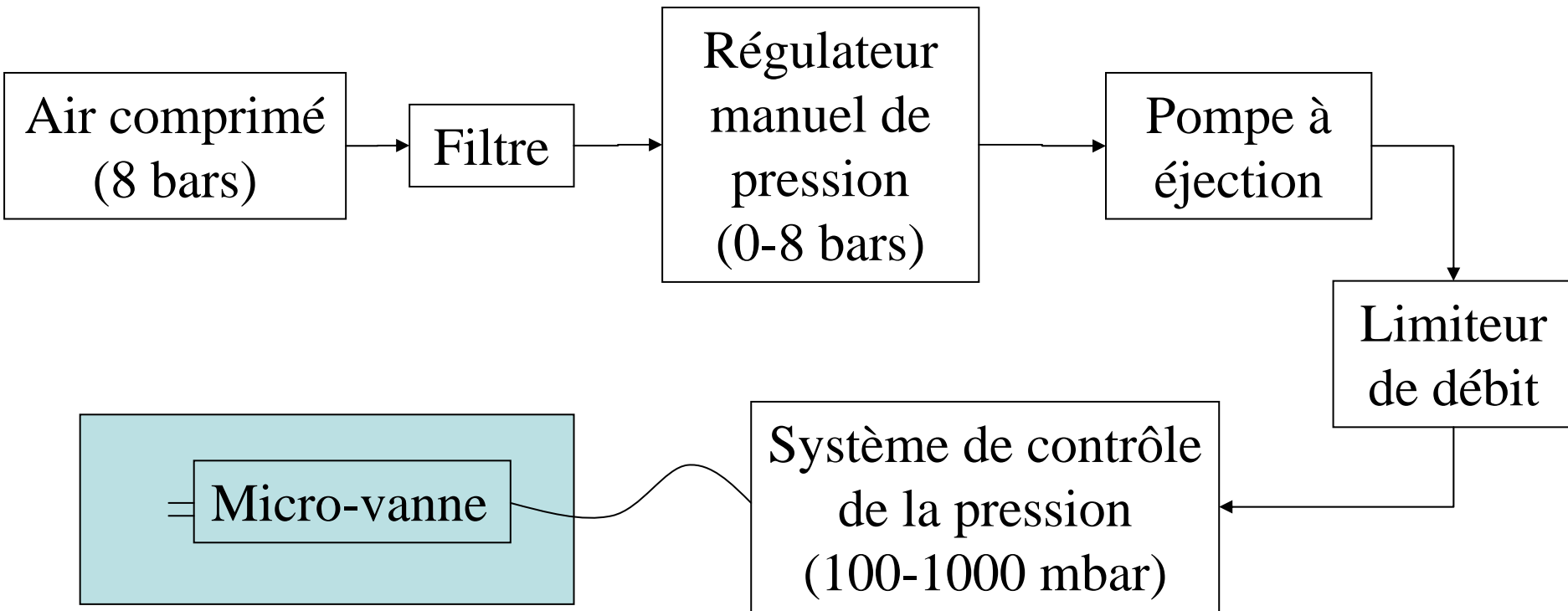
Tuyau



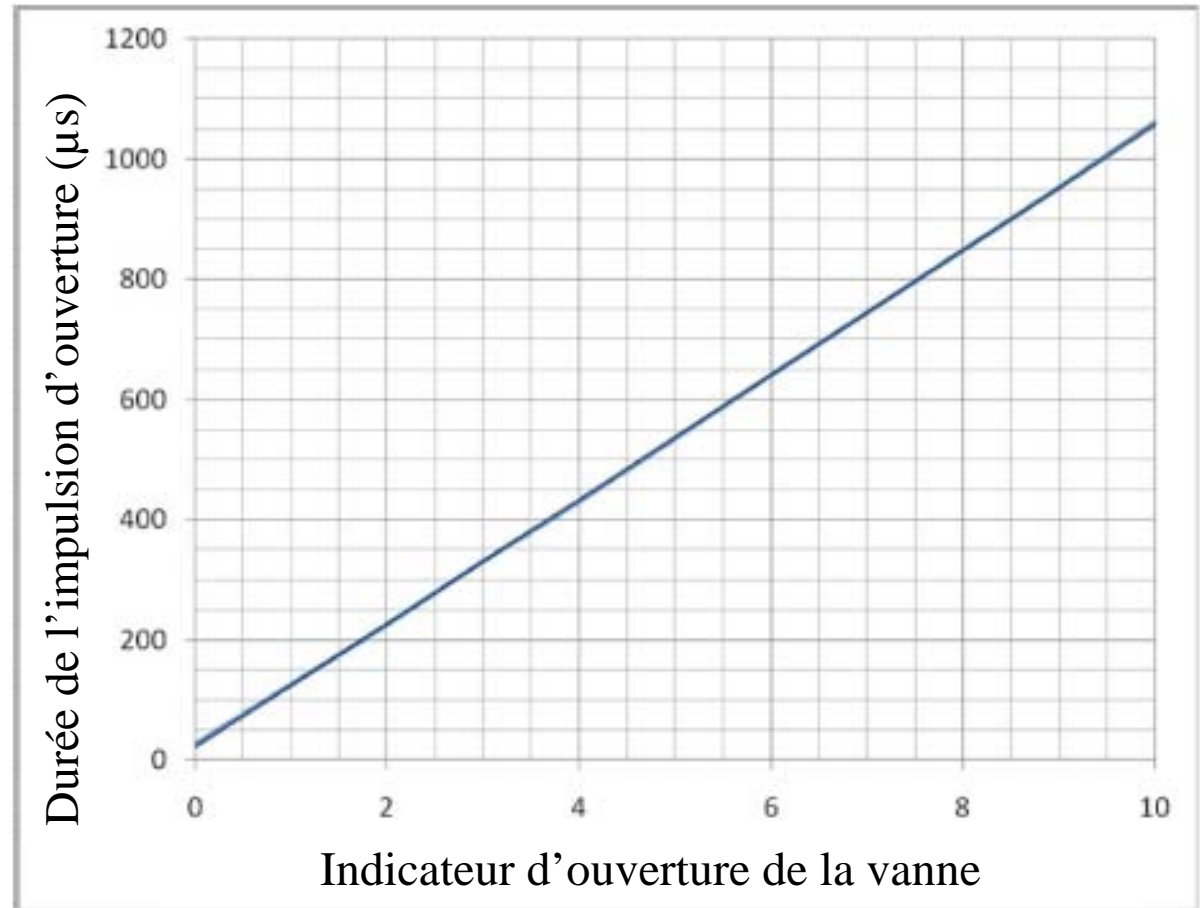
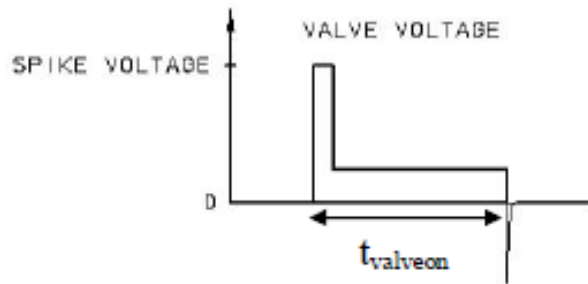
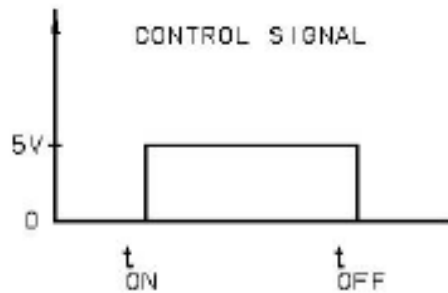
Systeme actuel



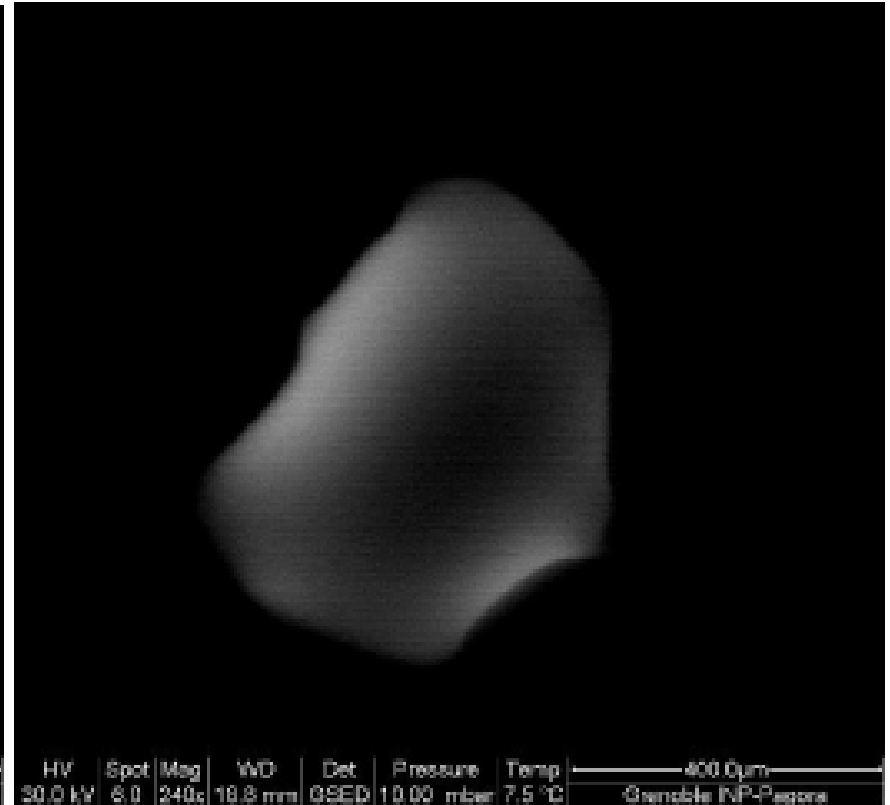
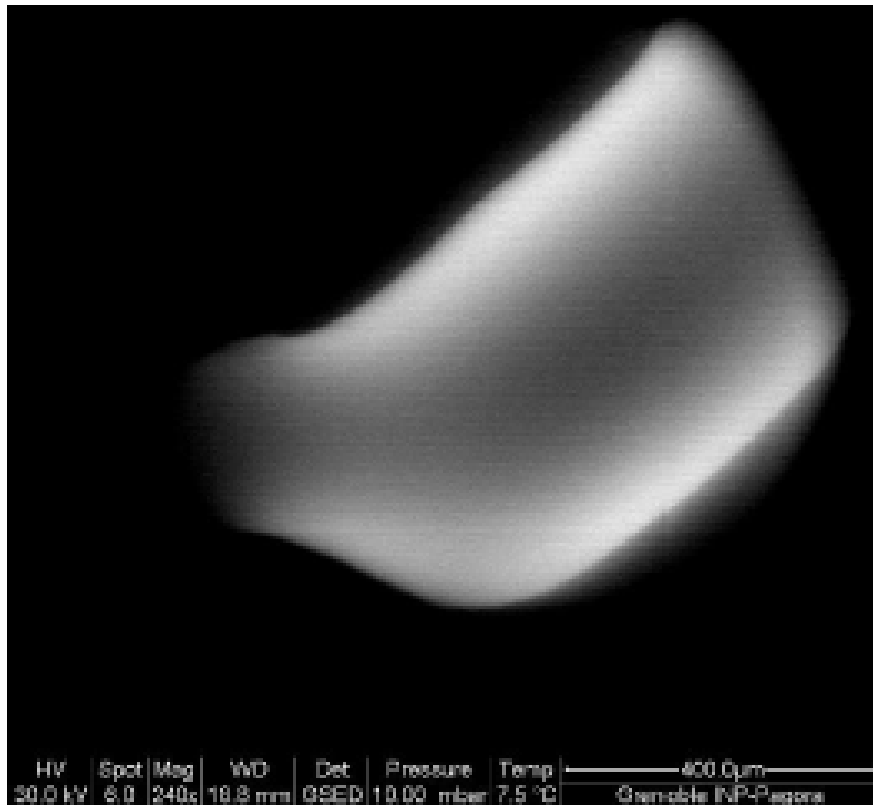
Contrôle de la pression



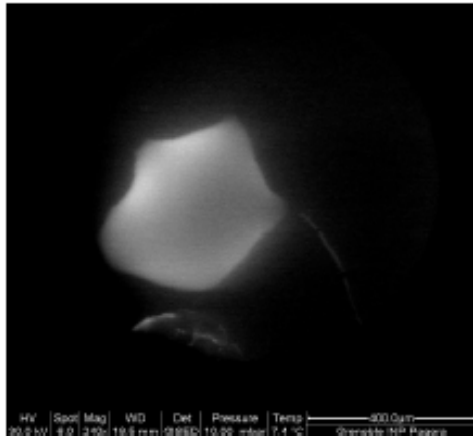
Ouverture de la micro-vanne



Exemples de goutte



Taille des gouttes



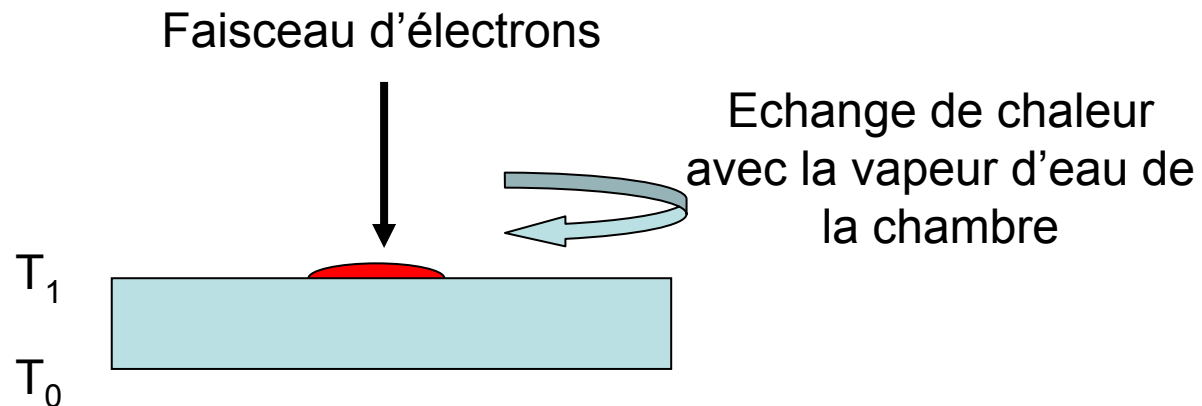
		Graduation du potentiomètre		
		2	3	4
Différentiel de pression (Pa)	1000	205238	264636	404079
	σ (%)	15,9	14,9	16,2
	400	149220	178881	225537
	σ (%)	34	30,7	37,6
	200	95969	68488	140457
	σ (%)	40,6	67,6	10,7

Conclusions

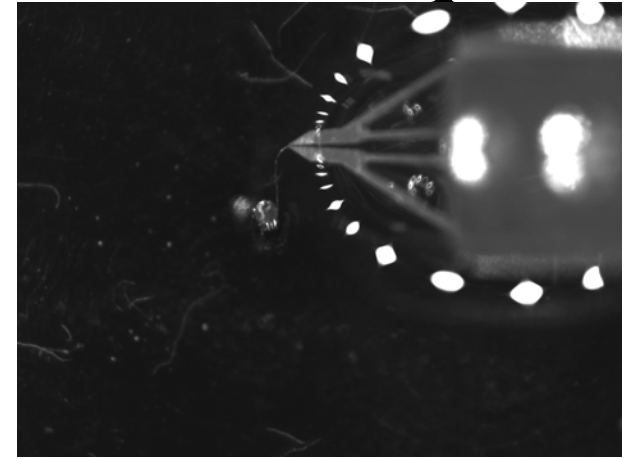
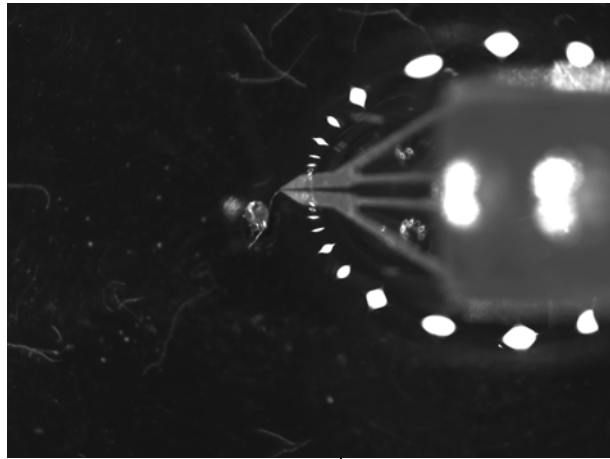
- ESEM:
 - Ouverture sur de nombreuses possibilités
 - La mise en place de protocoles reproductibles peut s'avérer assez longue
- Rôle des accessoires
 - Contrôle de la température : gestion du séchage ou de la condensation.
 - Injection de liquide

Perspectives : Bilan énergétique

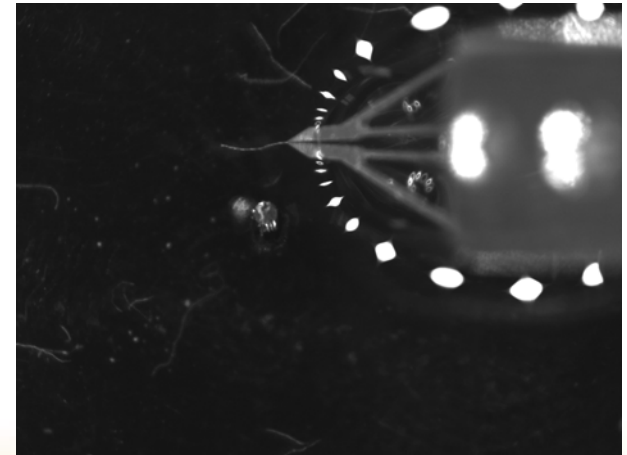
- Problème du séchage de l'échantillon bien qu'étant en conditions d'hydratation
- Bilan d'énergie à la surface du matériau



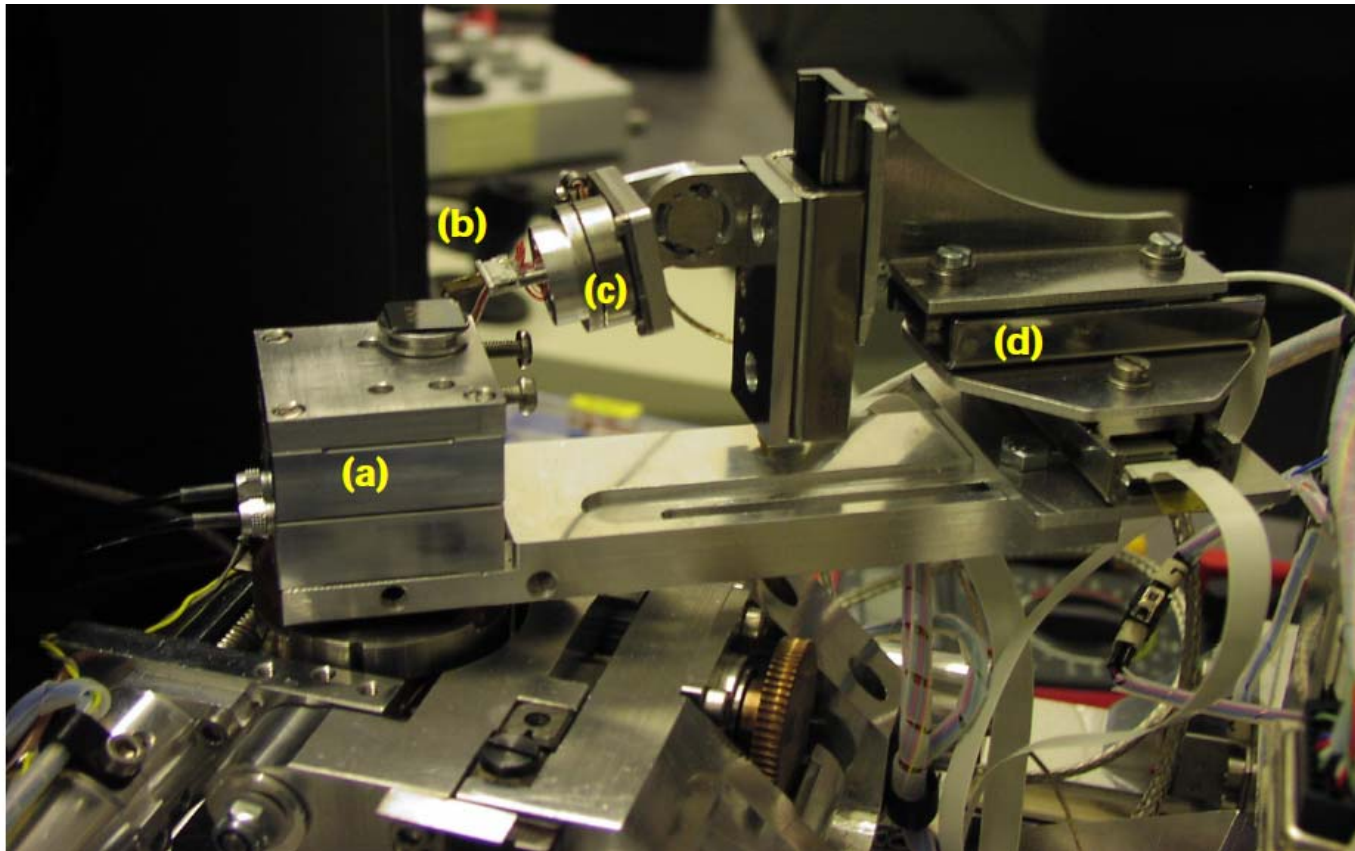
Perspectives : micro et nanorobotique



SW during the contact
SW at the end of the contact
SW just after contact lost



Perspectives : micro et nanorobotique



a) Déplacement fin X,Y,Z ; b) outil (micro pinces) ; c) rotation de l'outil ; d) déplacement grossier X,Y,Z

Collaboration avec Volkmar Eichhorn & Manuel Mikczinski , Université d'Oldenburg

Remerciements

- Grenoble INP : BQR



- Cost office : Action Cost E54

