

TEM+SEM : un couplage indissociable pour étudier les matériaux auto-assemblés

M. Cheynet^{*a}, T. Neisius^b, E. Rauch^a, F. Roussel^c, S. Irsen



^aSIMaP-CNRS, PHELMA Campus, Université Grenoble BP 75-38402 St Martin-d'Hères;

^bCIME-PACA, Faculté des sciences St Jérôme Université Aix-Marseille III;

^cCMTC, PHELMA Campus, Université Grenoble BP 75-38402 St Martin-d'Hères;

TEM group Forschungszentrum Caesar, 53175 Bonn Allemagne

marie.cheynet@simap.grenoble-inp.fr



expliquer, simuler le comportement d'un matériau



ensemble d'investigations à différentes échelles

(macro - méso - microscopiques voire atomique)

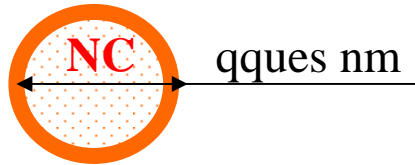
matériaux auto-assemblés

(« bulk » élaborés à partir de « nano »)



démarche multi-échelle impérative

les matériaux auto-assemblés



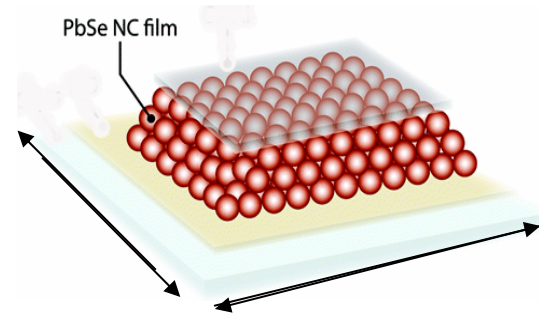
plusieurs milliers d'atomes



- ▶ la **taille**, la **forme**, la **structure** des NCs
- ▶ l'**orientation** individuelle et relative des NCs



atomique pour les NCs
→ microscope électronique en transmission : **TEM**



plusieurs couches de milliers de NCs



- ▶ la **qualité** et la **structure** de l'auto-assemblage
- ▶ le **nombre de couche**



NCs pour les assemblages
→ microscope électronique à balayage : **SEM**

cas des films minces élaborés par auto-assemblage de NCs de sélénide de plomb

à l'échelle atomique : HR-TEM



TITAN 80-300-FEI
Cs objective lens
2Kx2K camera
plateforme CIM-PACA
Université de Marseille
METSA (T. Neisius)

images Cs HR-TEM
« mini » auto-assemblage PbSe
NCs

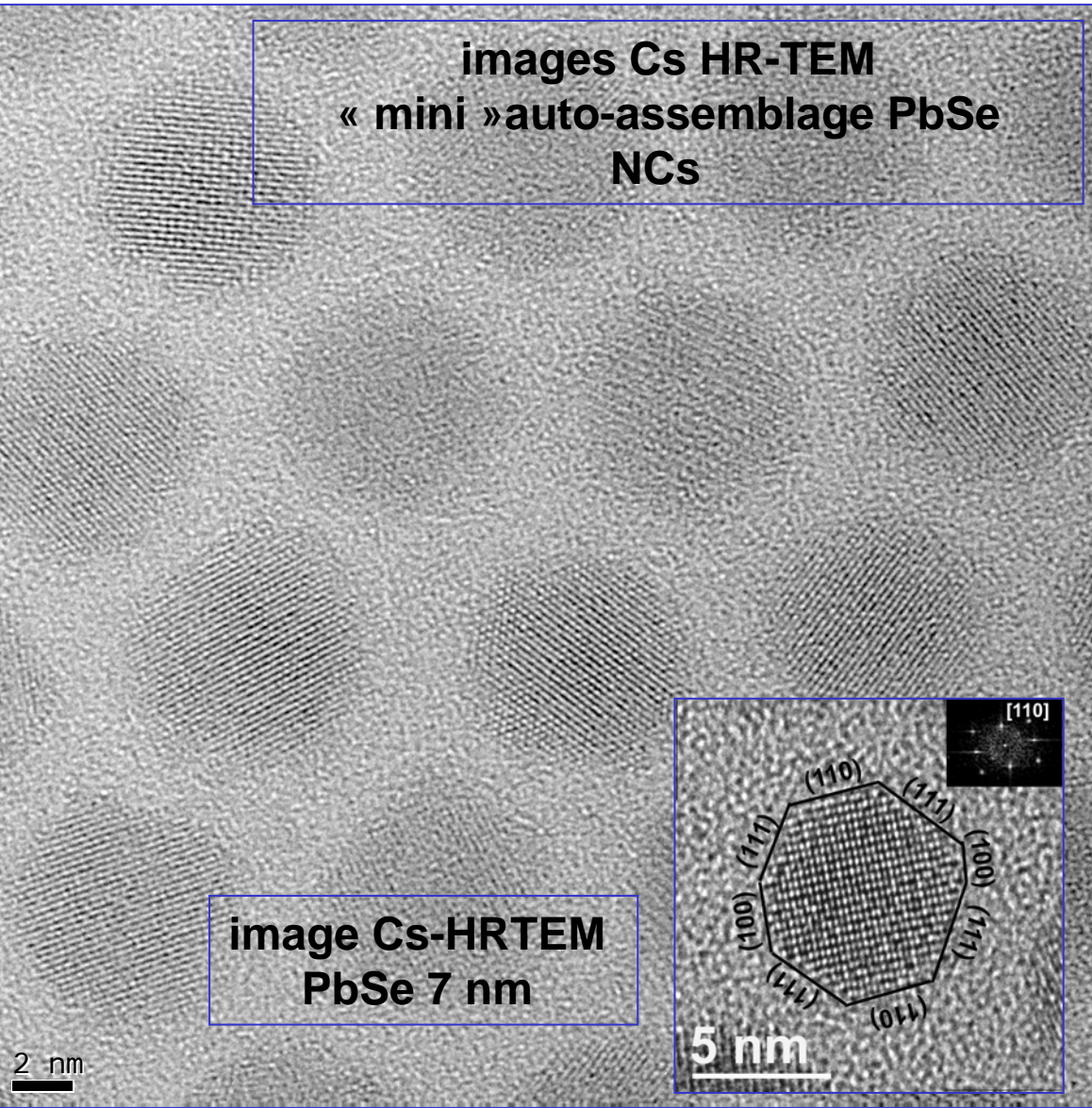
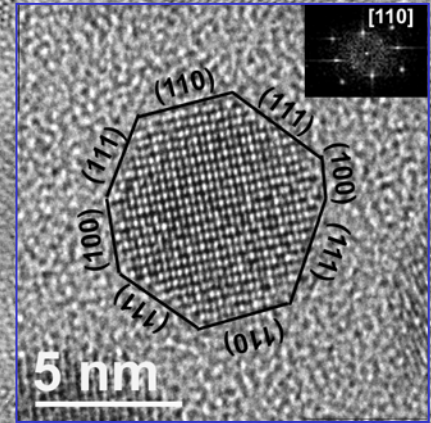
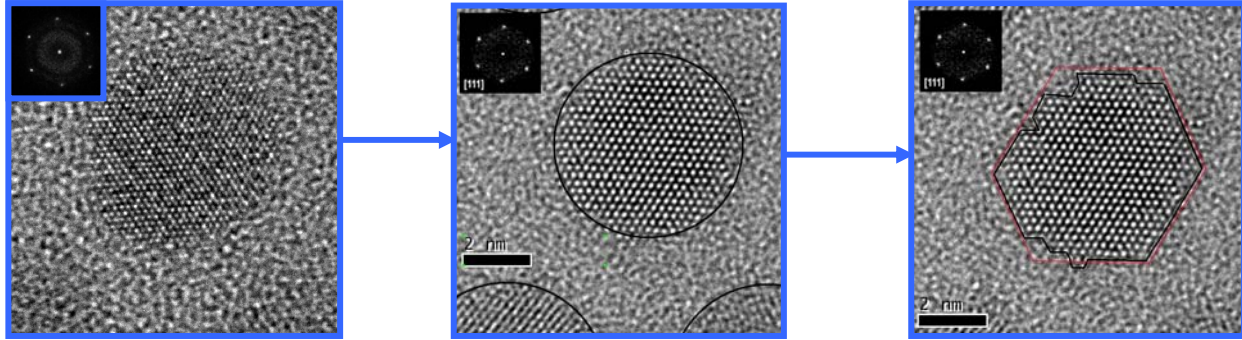


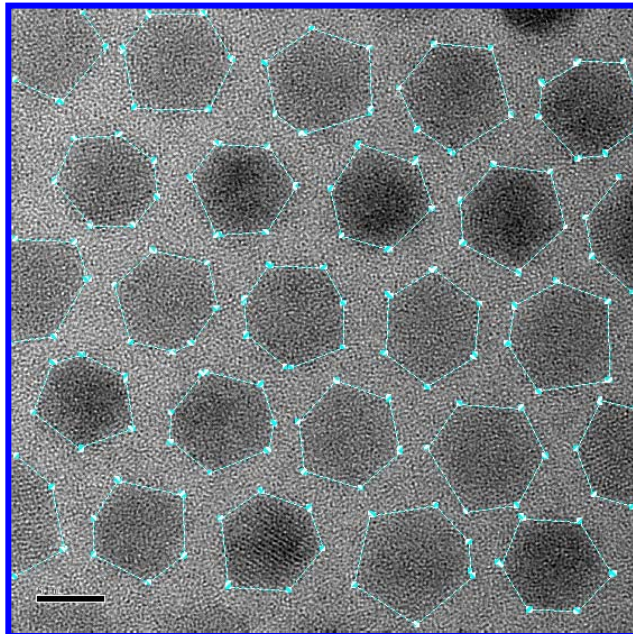
image Cs-HRTEM
PbSe 7 nm



images HR-TEM corrigé

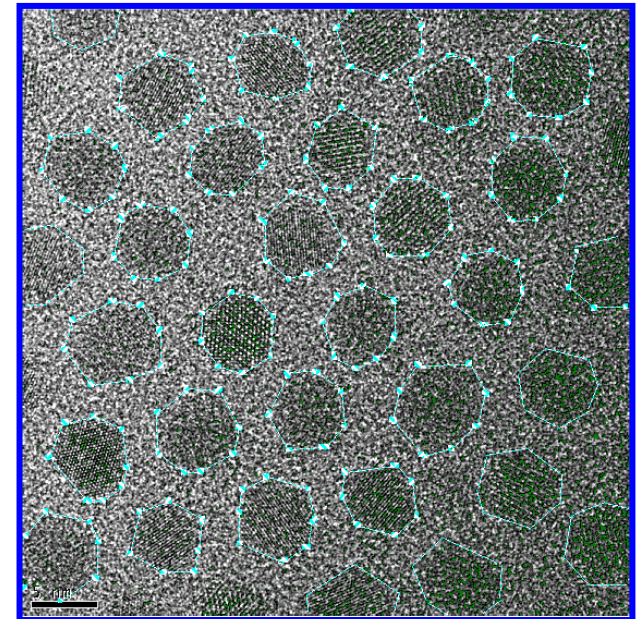


morphologie projetée
NCs PbSe de 7 nm



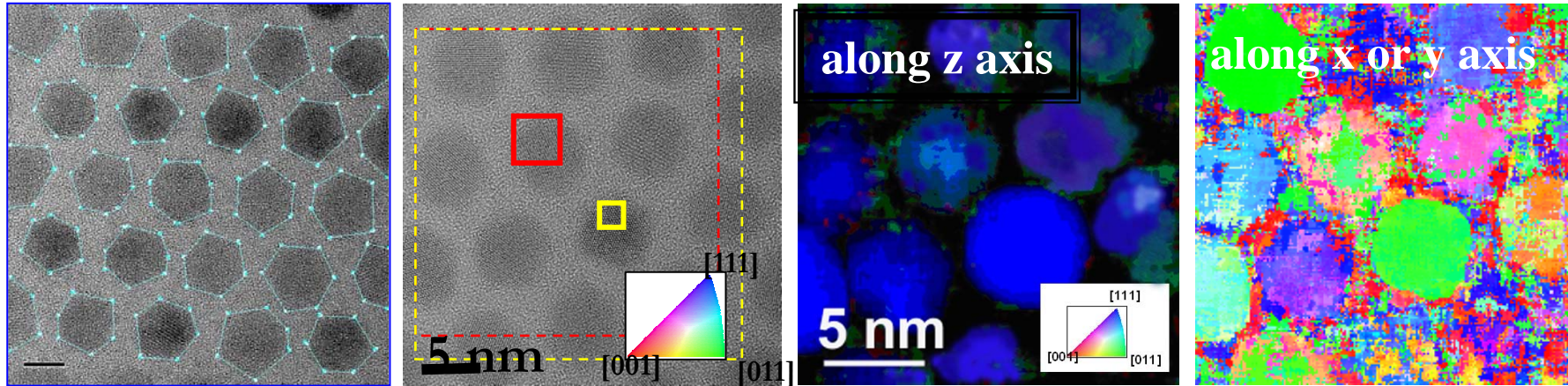
~ hexagonale

morphologie projetée
NCs PbSe de 4.8 nm

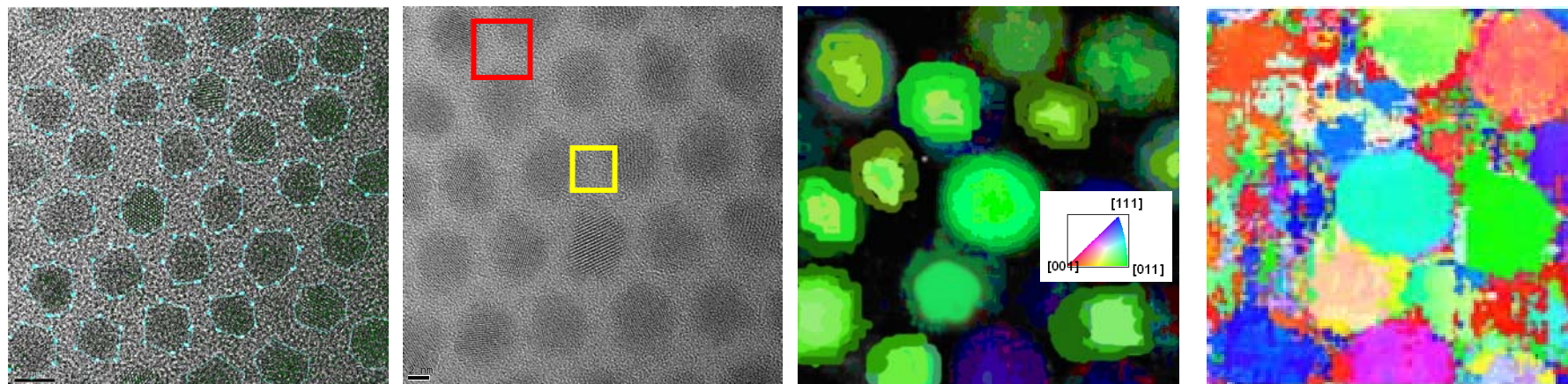


~ octogonale

Cartographie d'orientation ASTAR (E.Rauch SIMaP)



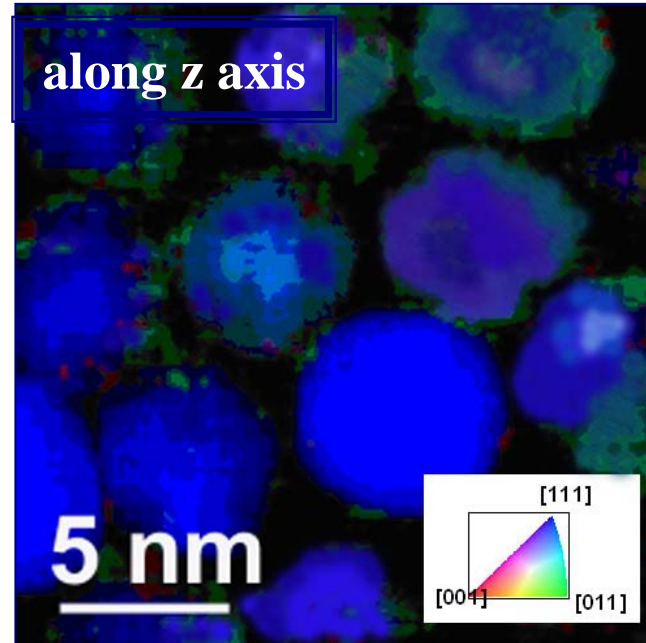
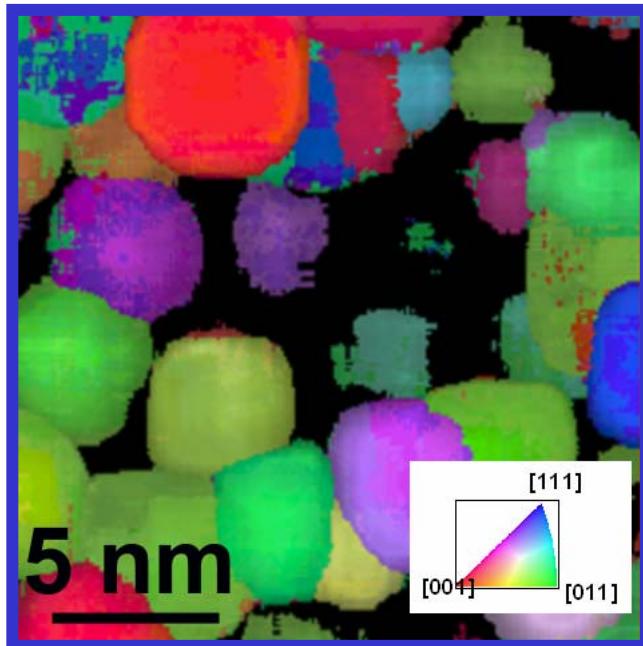
Cartographie d'orientation calculée sur une image
HR-TEM : NCs PbSe 7 nm auto-assemblés



Cartographie d'orientation calculée sur une image
HR-TEM : NCs PbSe 4.8 nm auto-assemblés

interprétation cartographie ASTAR

Cartographie d'orientation calculée sur une image
HR-TEM : NCs dispersés et auto-organisés PbSe 7 nm

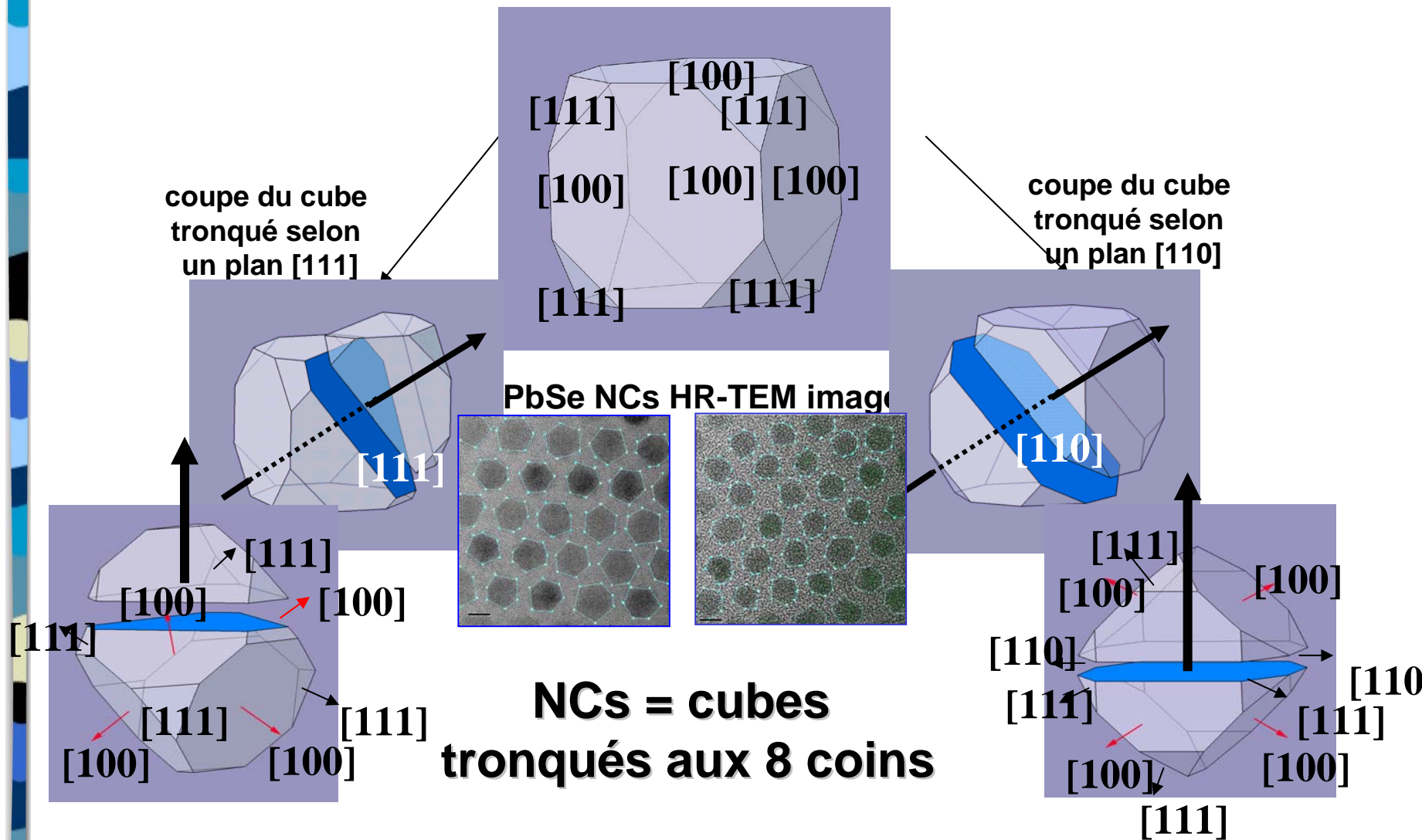


→ les forces qui s'exercent entre les particules et le substrat ne sont pas prédominantes.

→ l'auto-organisation résulte de forces qui s'exercent entre les NCs

modèle - conclusion

Cho et al. [JASC 2005], Kloggenburg et al. [Nano Lettrs2007], Fang et al. [ACS NANO 2010].



SFJ Strasbourg 26 juin – 1er juillet 2011

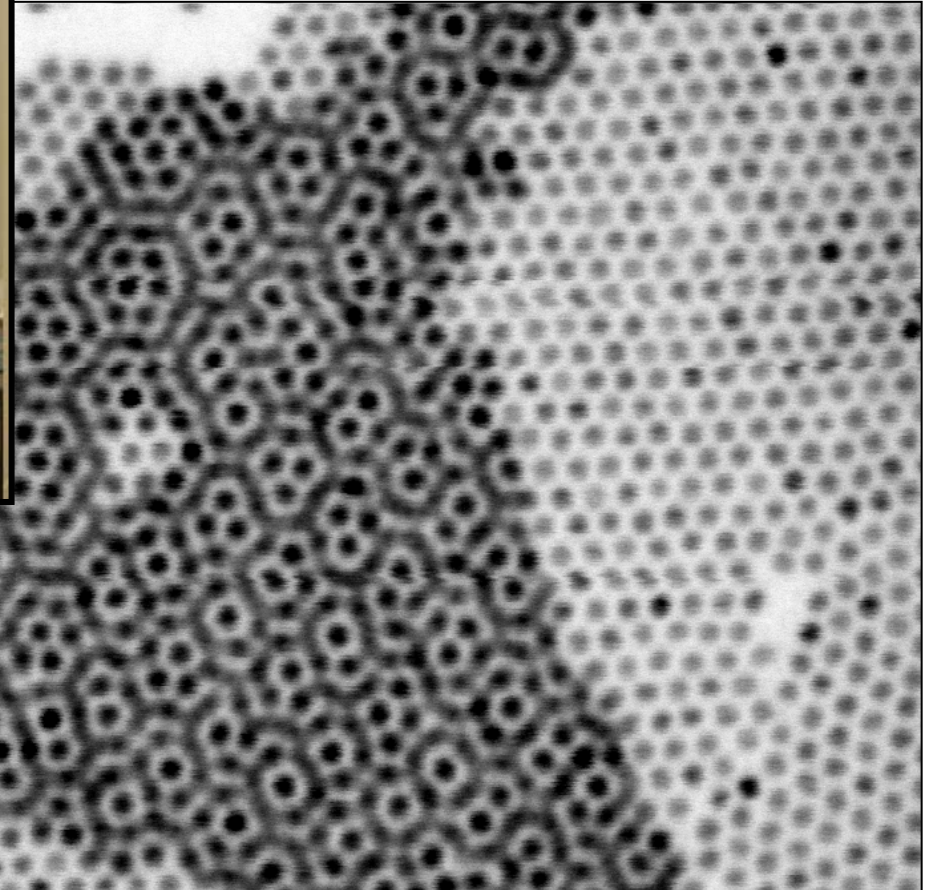
à l'échelle de l'assemblage:

SEM-STEM



Ultra55-ZEISS
FEG
détecteur STEM

1-2 couches

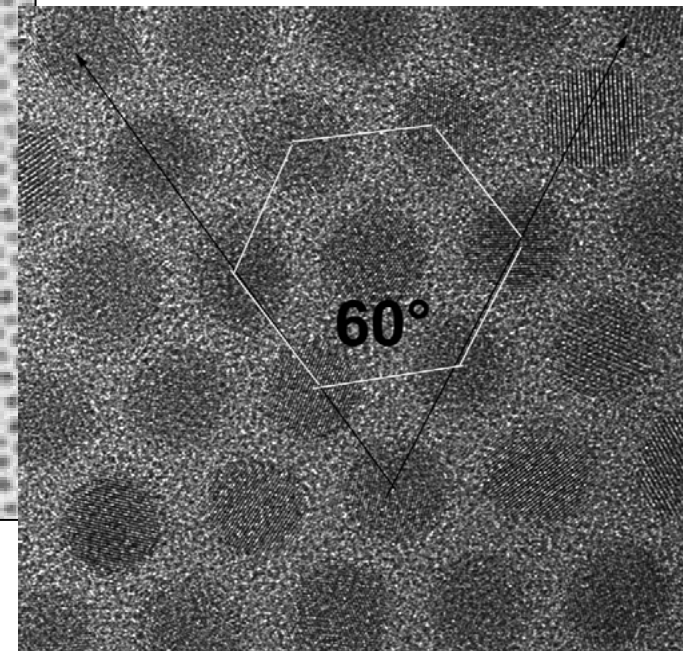
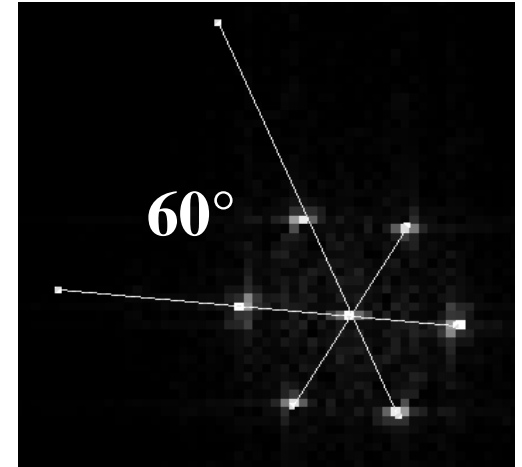
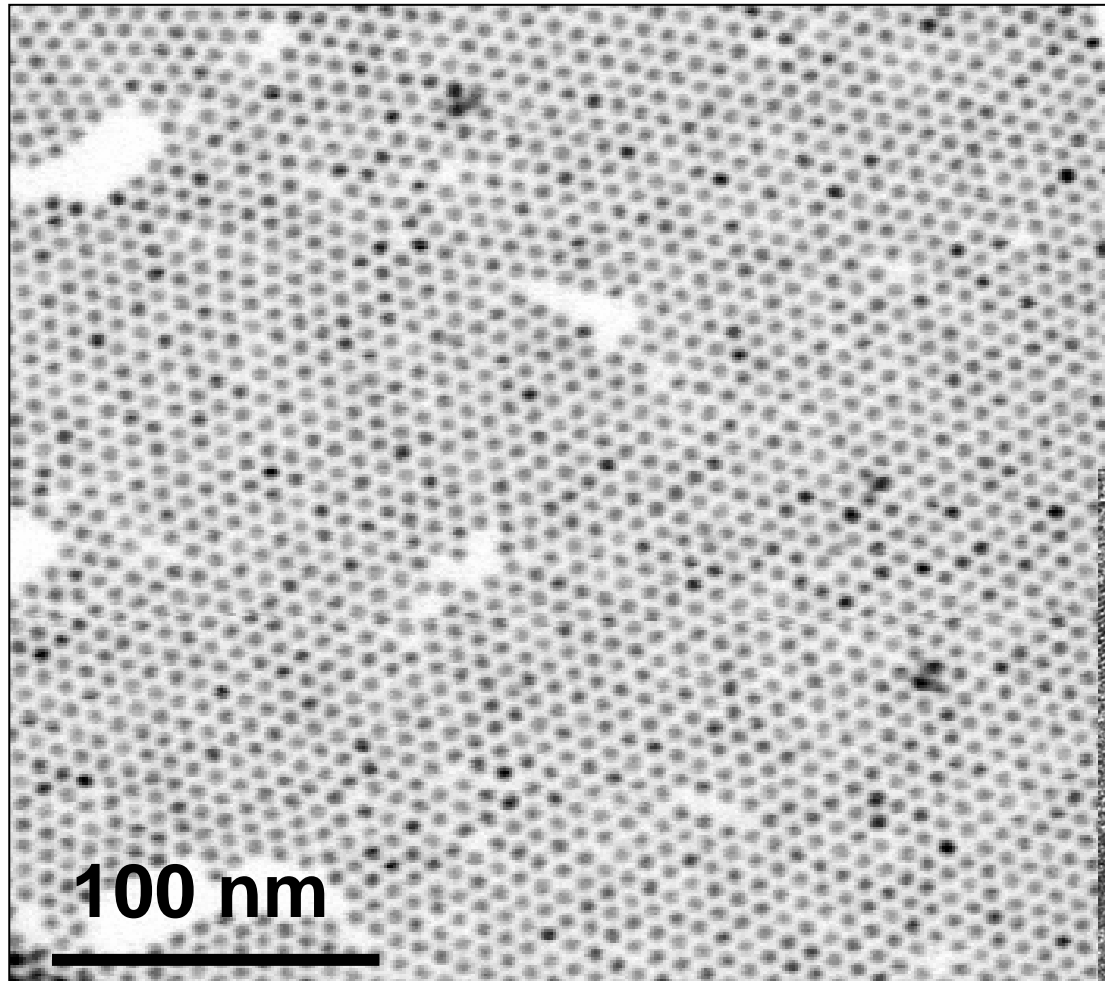


20 nm

Mag = 300.00 K X	Signal A = STEM	Signal B = InLens	Date :14 Oct 2009	INPG
EHT = 20.00 kV	WD = 5.8 mm	Mixing = Off	Time :11:27:20	CMTC
		Signal = 1.000		

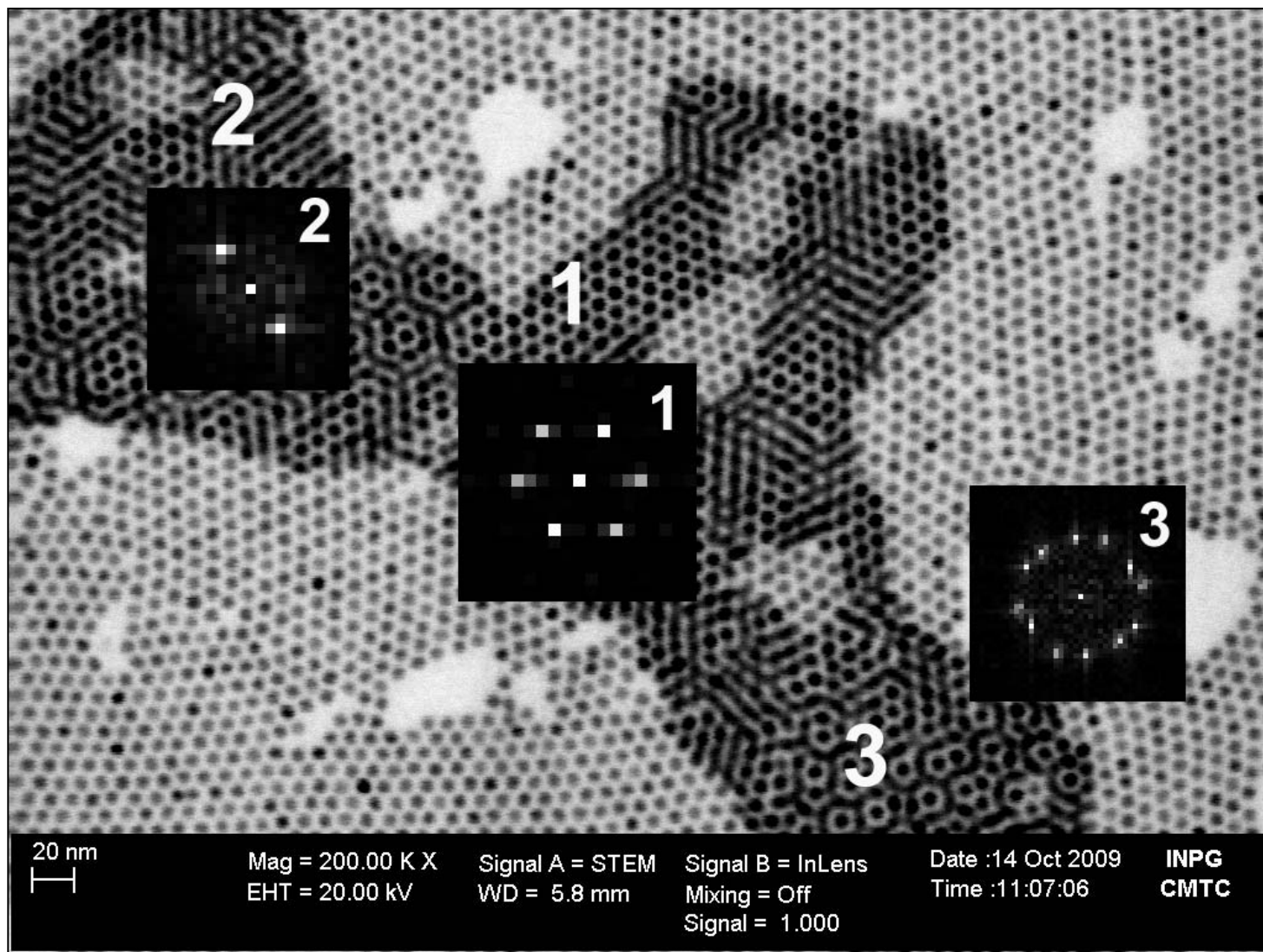
SFJ Strasbourg 26 juin – 1er juillet 2011

imagerie SEM-STEM 2D



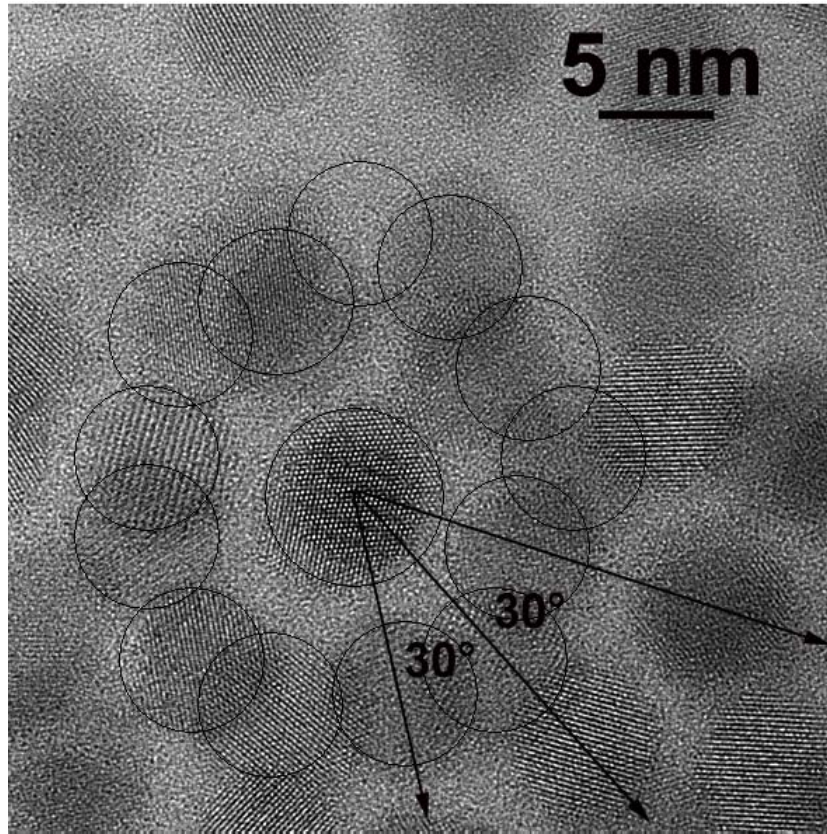
- structure hexagonale +/- fautée
- localement parfaite

imagerie SEM-STEM 2 couches

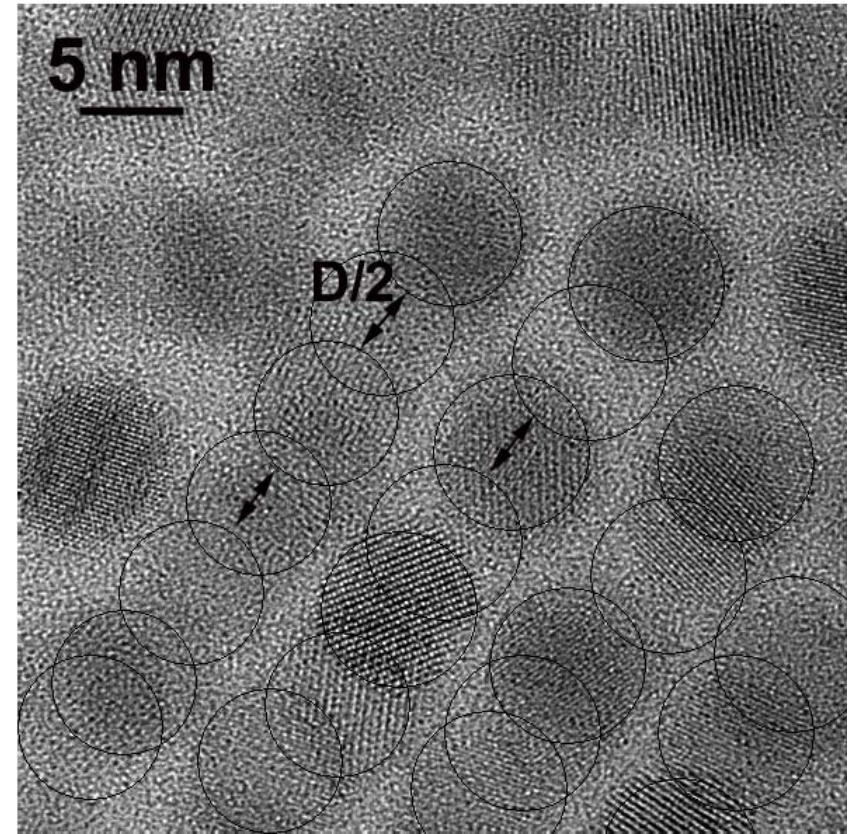


- formation d'une 2ème couche avant que la première soit compacte
- différents empilements: hexagonal simple, motifs rayures ou roses

Imagerie HR-TEM 2 couches roses - rayures



rotation 30°

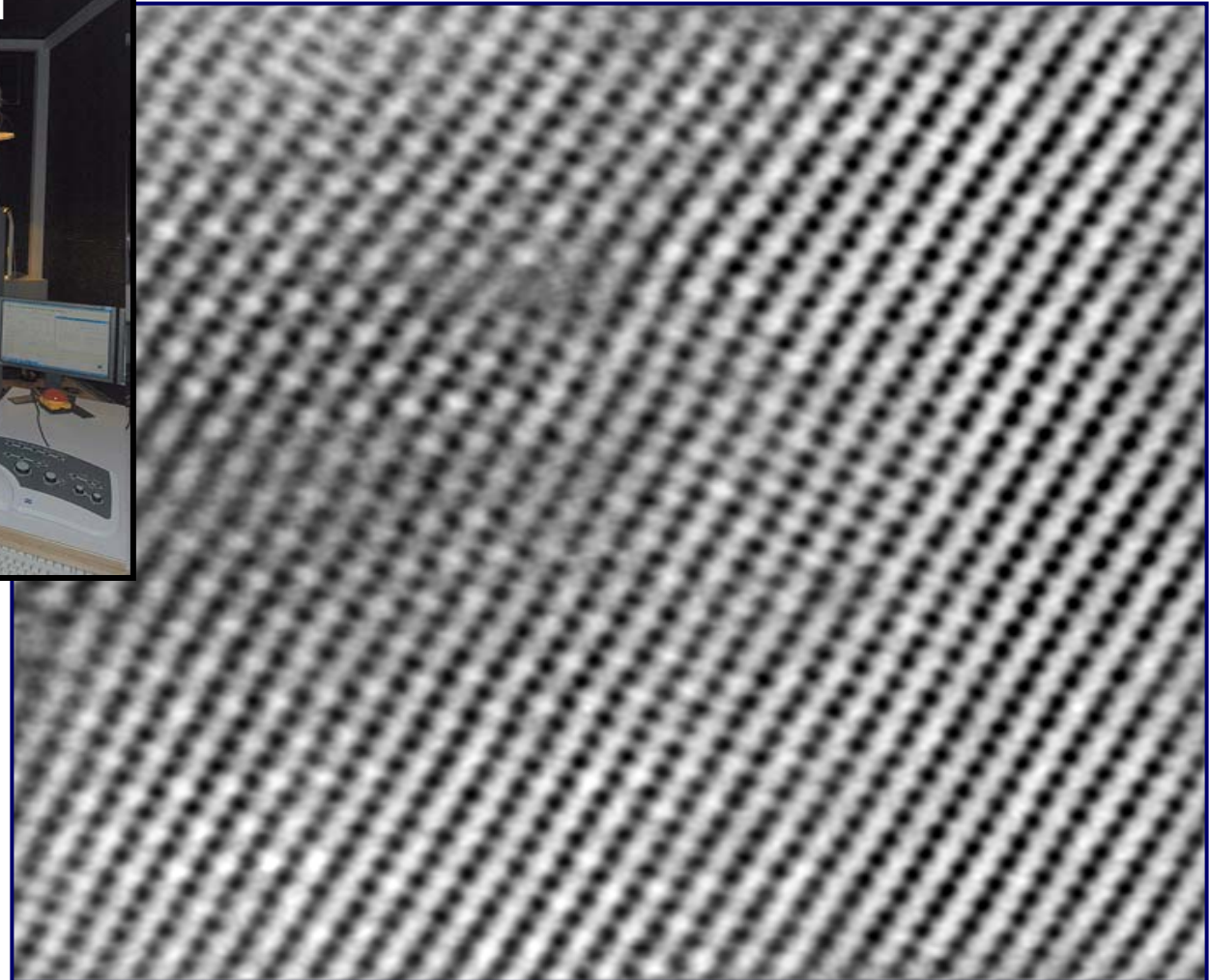


shift D/2

à l'échelle de l'assemblage: STEM-HAADF



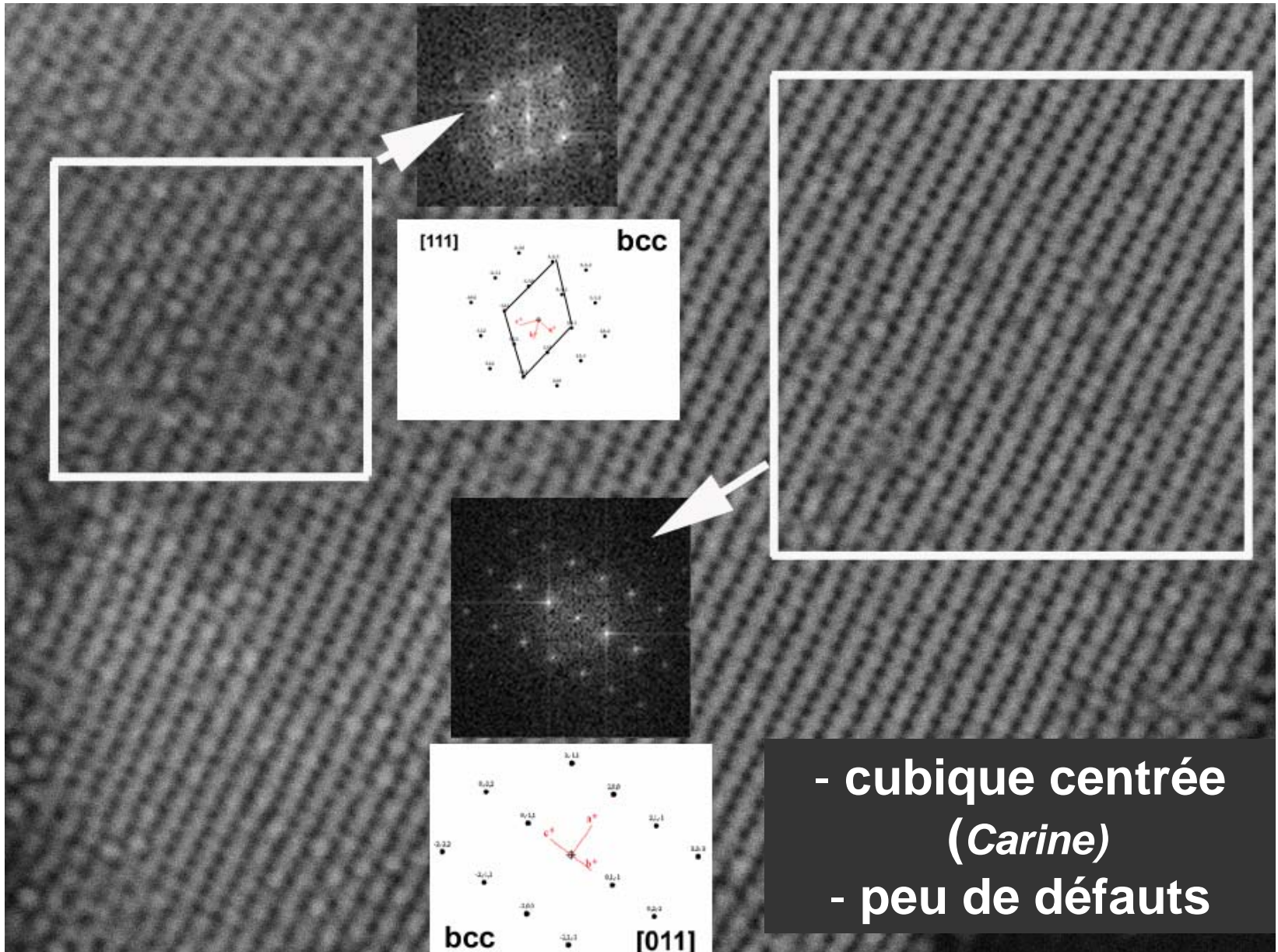
4 couches
et + (analyse du signal $I \propto Z^{3/2} t$)



imagerie STEM-HAADF 4 couches



CIM-PACA



Merci pour votre attention

