



INSA

INSTITUT NATIONAL
DES SCIENCES
APPLIQUÉES
LYON



Mode STEM-in-SEM : études 2D/3D de liquides

A. Malchère, L. Roiban, K. Masenelli-Varlot

Université de Lyon, INSA-Lyon, CNRS, MATEIS, F-69621 Villeurbanne, France

Karine.Masenelli-Varlot@insa-lyon.fr



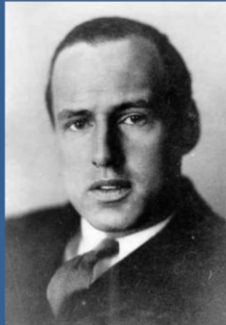
Plan

1. Le mode STEM pour l'analyse de liquides
 - Principe
 - Quelques illustrations
2. Points clefs
 - Résolution spatiale
 - Contraste
 - Effets de l'irradiation
3. Suivi de réactions en 2D
4. Passage au 3D

1. Le mode STEM pour l'analyse de liquides

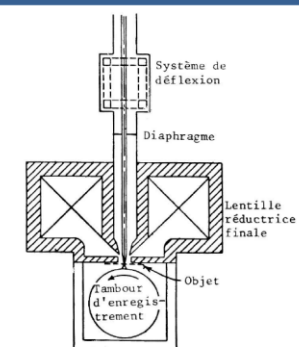
Scanning Transmission Electron Microscopy

Scanning TEM



En 1938 Manfred von ARDENNE introduit dans un TEM des bobines de déflexion et ainsi réalise le 1^{er} STEM !

Manfred Von Ardenne
(1907-1997)

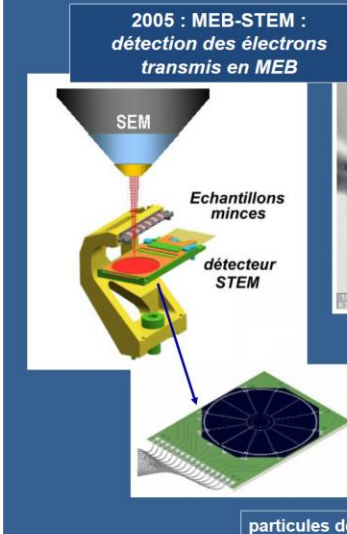


Le diamètre du faisceau électronique était de 10 nm, la tension d'accélération de 23 kV.
La résolution obtenue était de 50 à 100 nm...
L'enregistrement de l'image d'une résolution de 400x400 se faisait sur un tambour, et prenait 20 mn.
Son microscope fut détruit en 1944 lors des bombardements de Berlin.

Le Microscope Electronique à Balayage de Von Ardenne (1938)

Source : GN-MEBA 2010

Transmission in SEM



2005 : MEB-STEM :
détection des électrons
transmis en MEB

SEM

Echantillons minces

détecteur STEM

nanotube de C

particules de $MnFe_2O_4$

Source : GN-MEBA 2010

- Petite histoire du MEB : http://micro.icaunais.free.fr/Petite%20histoire_meb.pdf
- A. Bogner *et al.*, "A history of scanning electron microscopy developments: towards "Wet-STEM" imaging", Micron 2007

Mots clefs : STEM-in-SEM, Low voltage STEM

Quelques avantages du STEM-in-SEM :

“Transmission electron microscopy (TEM) with **low-energy electrons** has been recognized as an important addition to the family of electron microscopies as it may **avoid knock-on damage** and **increase the contrast of weakly scattering objects**.”

C. Sun *et al.* Microsc. Microanal. 2018

⇒ Observation d'objets biologiques non contrastés

“The transmission mode in SEM has an advantage of **avoiding chromatic aberration**. As there is no projection lens, no image deterioration occurs”

A. Bogner *et al.* Micron 2006

“Implementation of a scanning transmission electron microscopy (STEM) detector ... make **SEMs highly interesting for structure analysis of some electron-transparent specimens which are traditionally investigated by TEM.**”

C. Sun *et al.* Microsc. Microanal. 2018

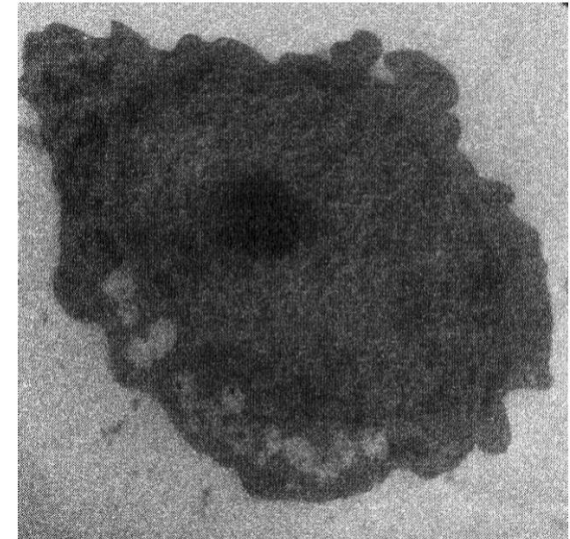
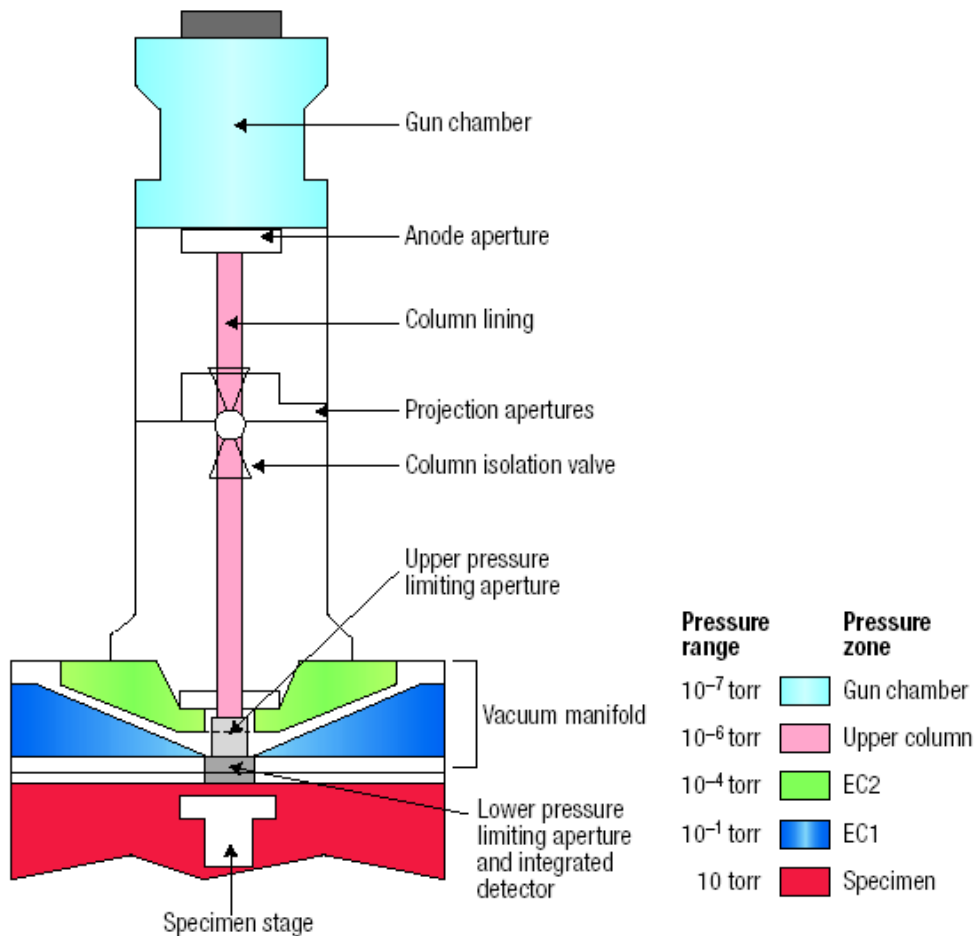


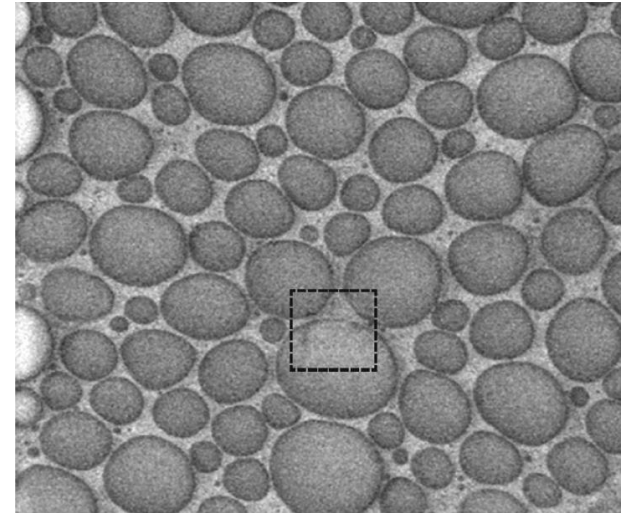
Figure 1. 60 nm thick unstained section.
A. Delong *et al.* ICEM 2002

Un autre avantage du mode STEM-in-SEM : l'analyse de liquides

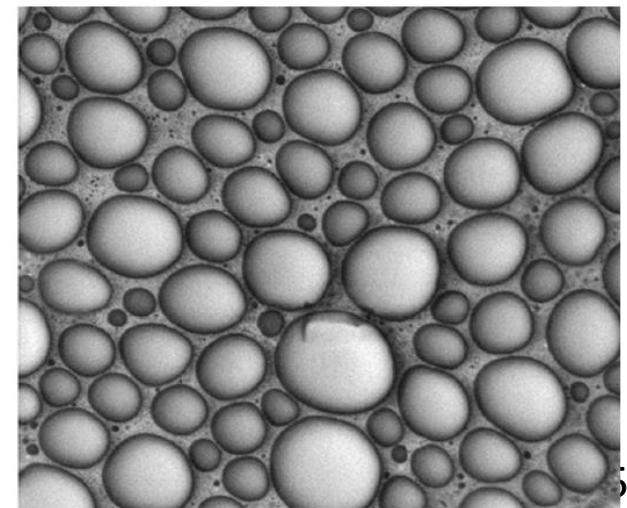
Les liquides peuvent être étudiés sans préparation préalable (ou presque) dans un microscope environnemental



A. M. Donald, Nature Materials 2003

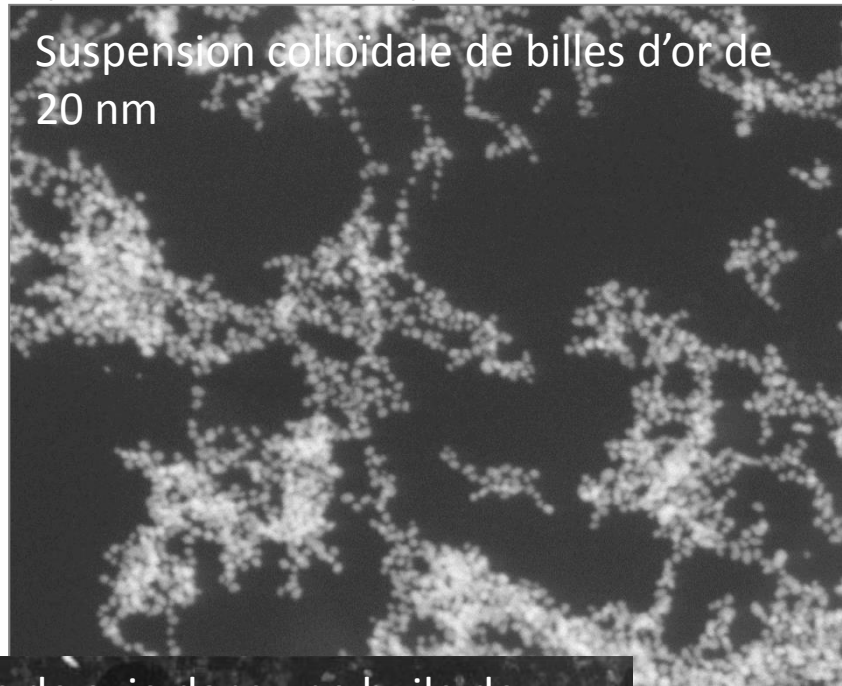
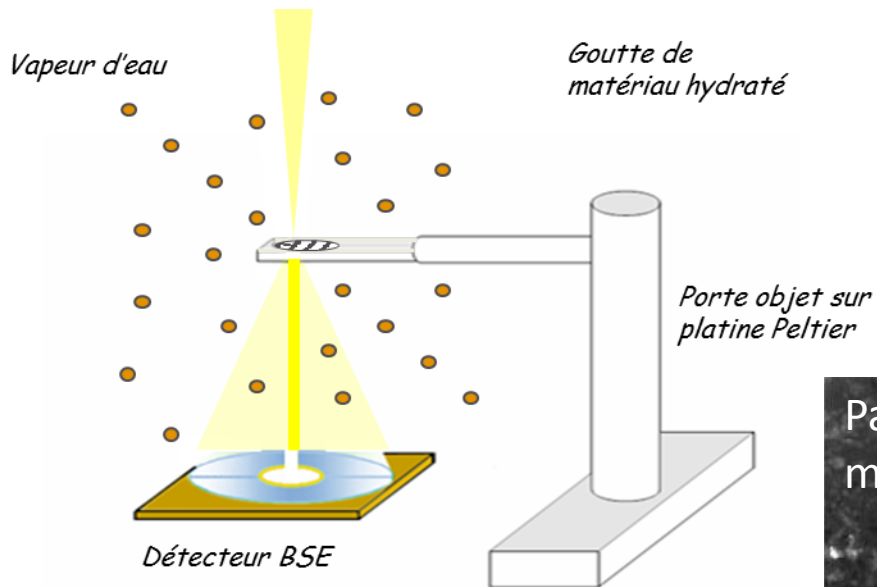


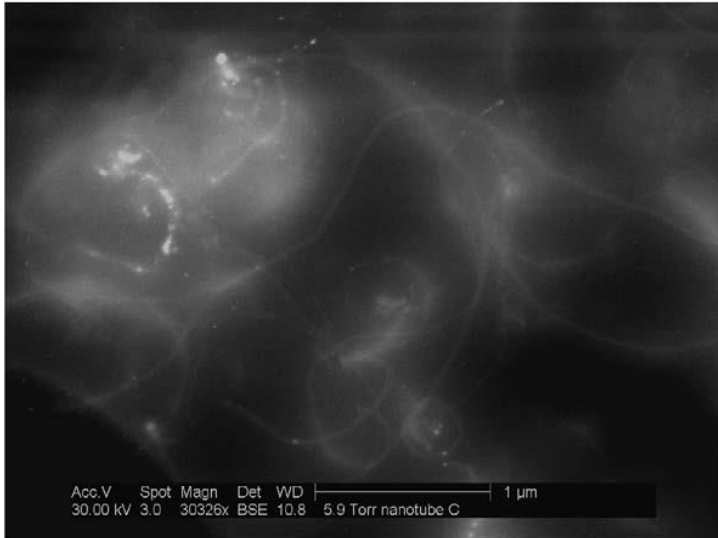
Images SE d'une émulsion eau-huile
D. Stokes, Scanning 2000



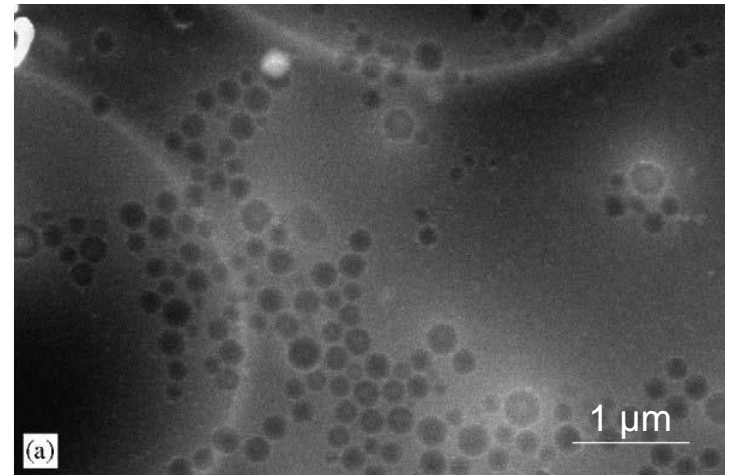
En travaillant en transmission, on peut voir ce que contient le liquide!

A. Bogner *et al.* Ultramicroscopy 2005

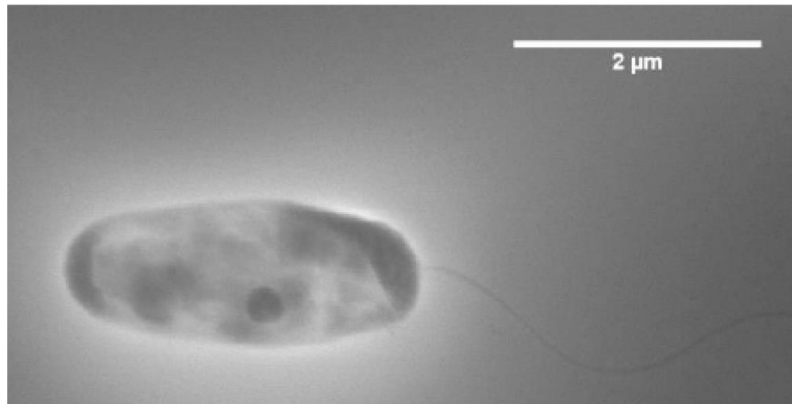




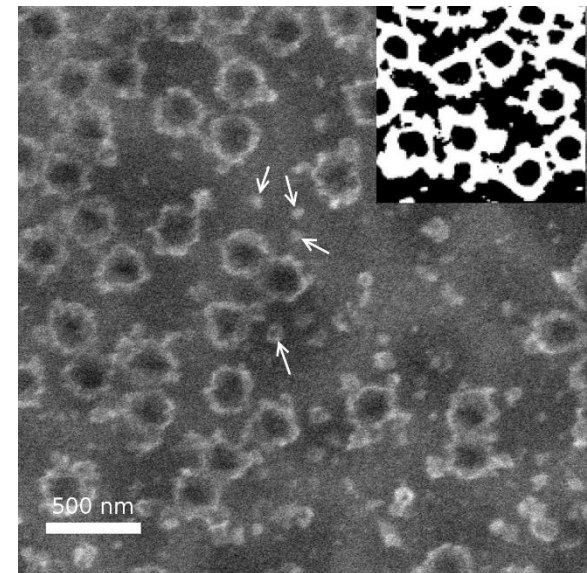
Nanotubes de carbone + tensioactif dans eau
A. Bogner *et al.*, Ultramicroscopy 2005



Mini-émulsion styrène-eau
A. Bogner *et al.*, Ultramicroscopy 2005

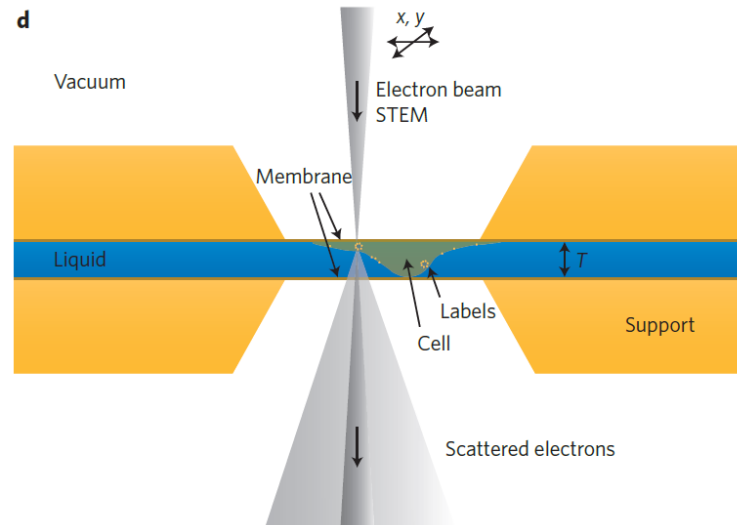


Photobacterium galathea cell
R. Mateiu *et al.*, EMC2016

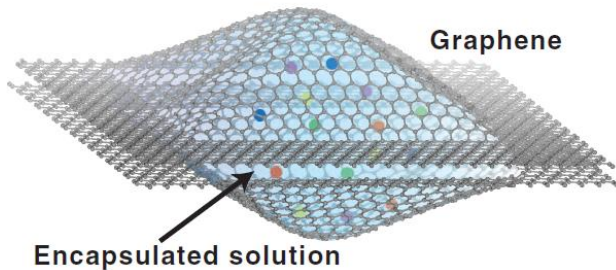


Latex SBA + tensioactif dans eau
A. Perret *et al.*, J. Microscopy 2017 7

Autres systèmes pour observations en liquide (en TEM)



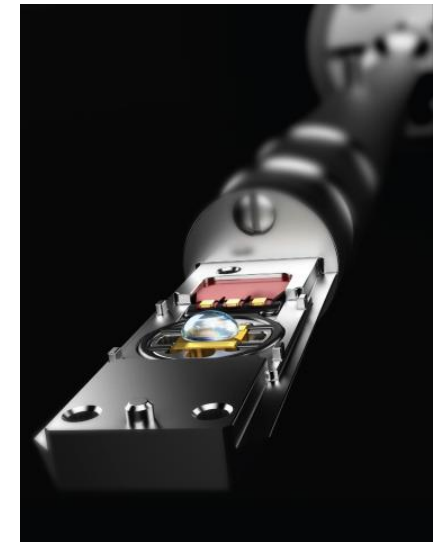
N. De Jonge et F.M. Ross,
Nature Nanotechnology 2011



Encapsulation dans un graphène
J.M. Yuk *et al.*, Science 2012



Cellule liquide scellée



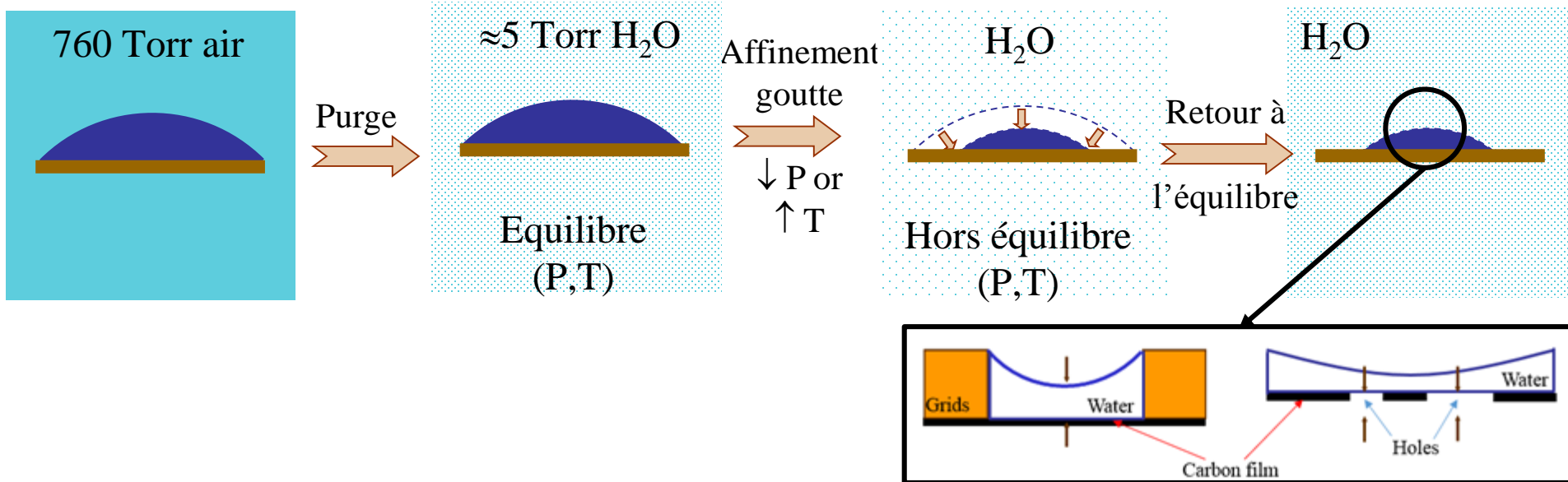
Porte-objets spécifiques

- Circulation liquide
- Température, courant élec

2. Les points-clefs du STEM-in-SEM en liquide

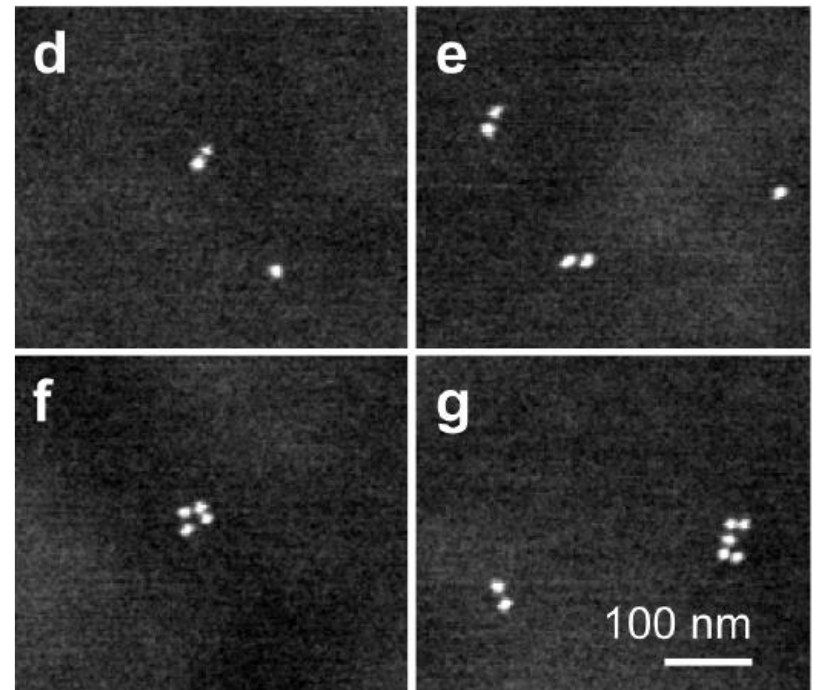
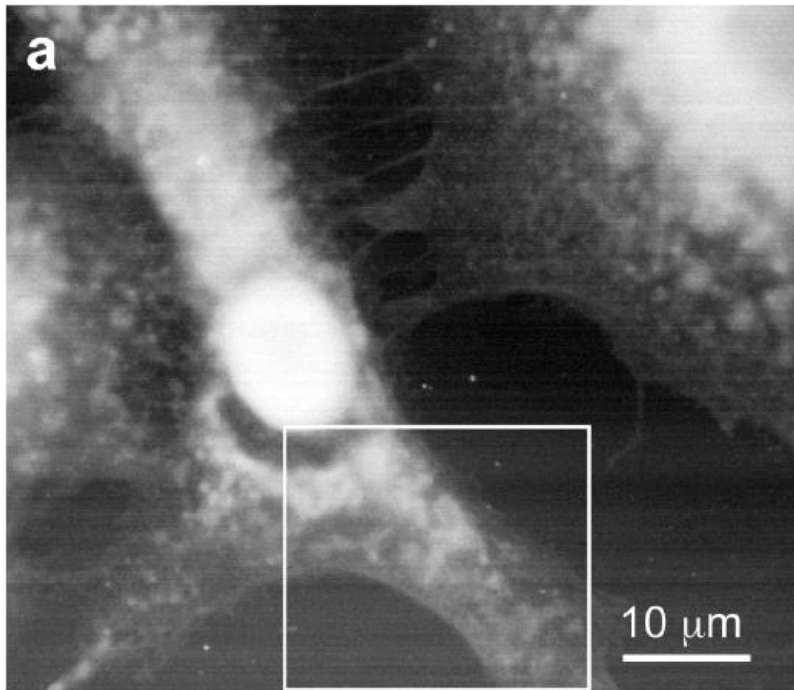
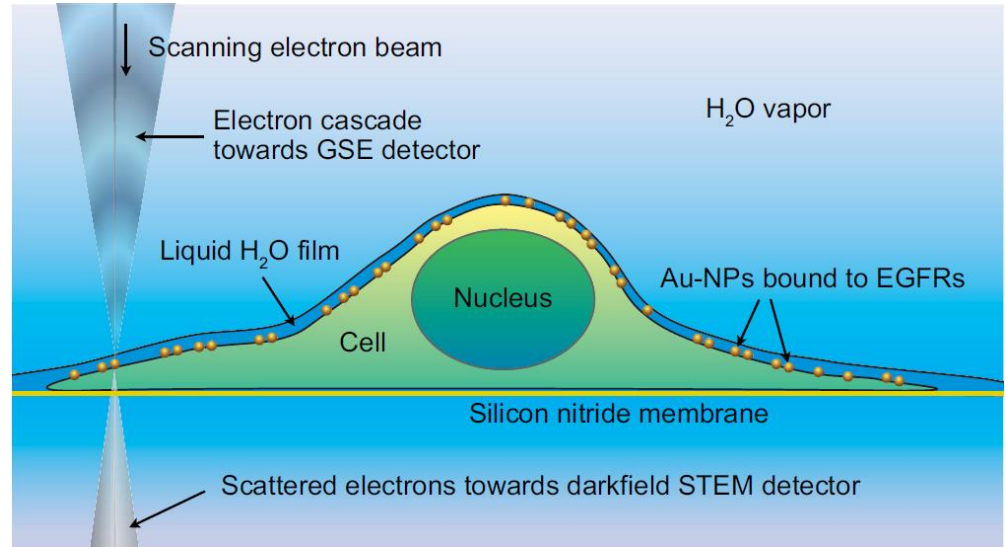
En pratique, la clef réside dans :

- La dilution initiale
- Le respect de l'équilibre liquide-vapeur (pression, température)
- La résolution spatiale, qui dépend de l'épaisseur du film de liquide traversé



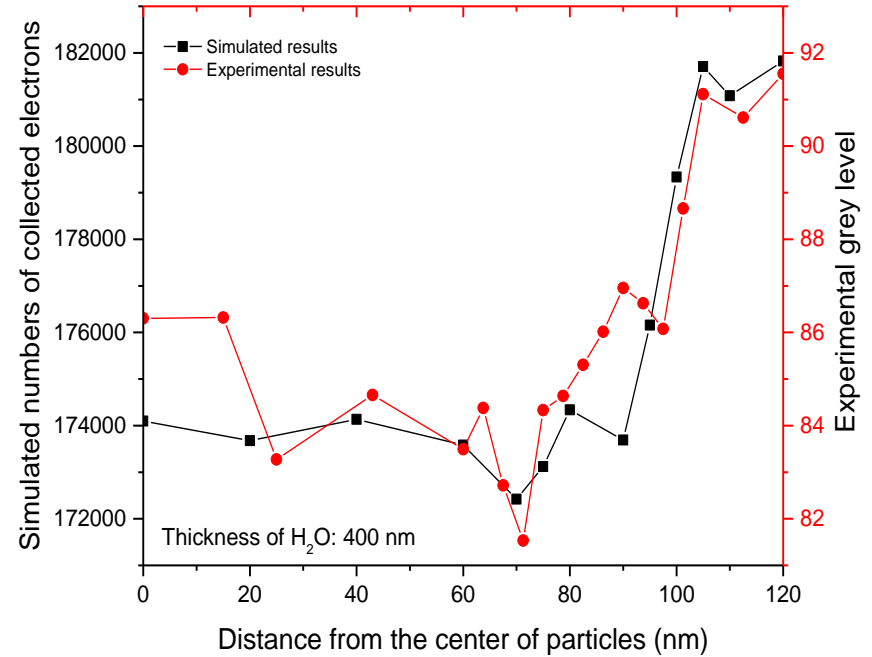
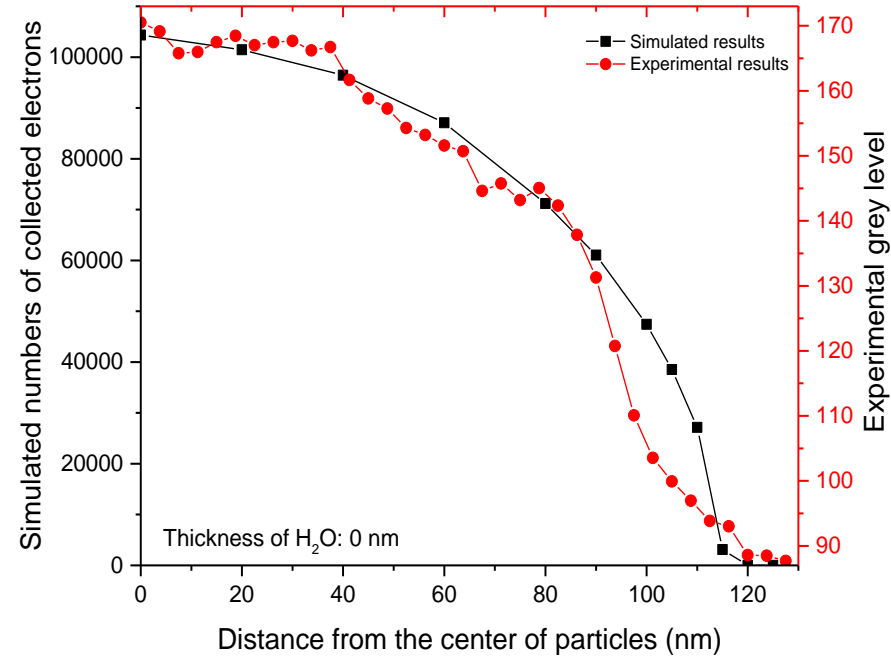
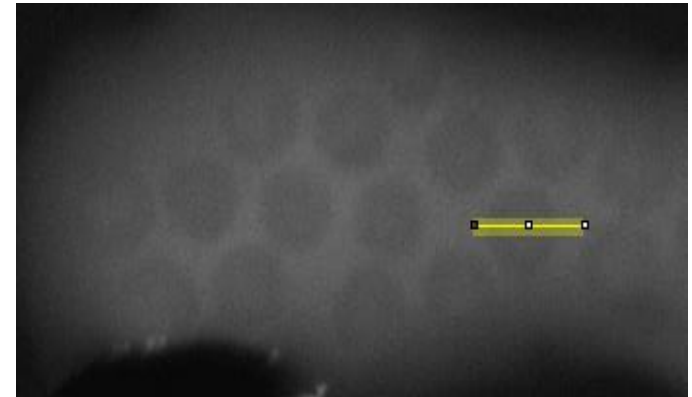
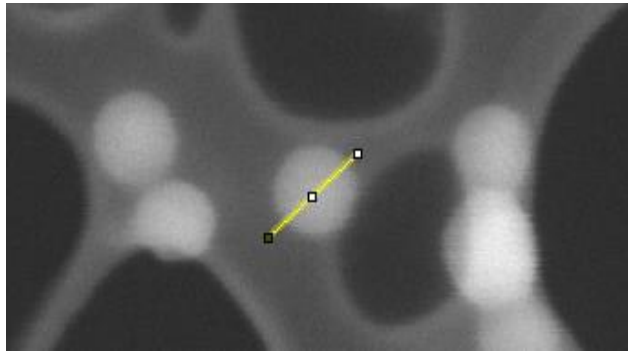
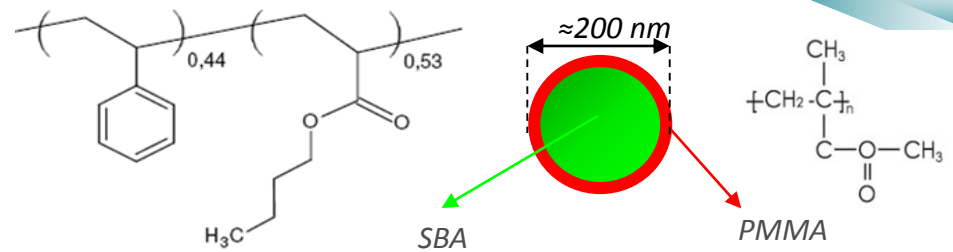
Optimisation de la résolution spatiale pour la détermination de récepteurs sur des cellules

D. Peckys *et al.*, Sci. Rep. 2013

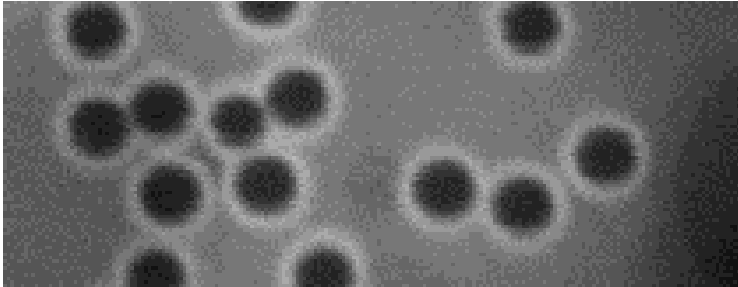


Compréhension du contraste

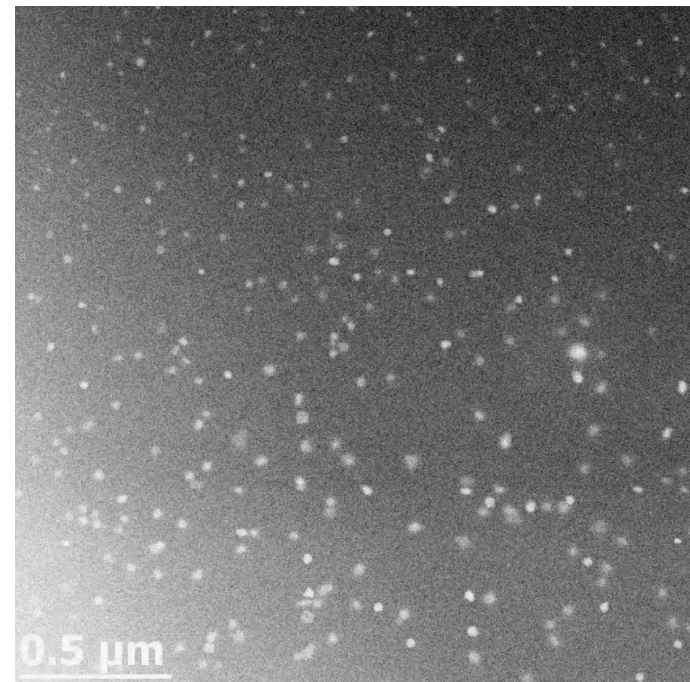
→ simulations Monte Carlo



Effet de l'irradiation



Latex SBA/PMMA dans l'eau :
apparition d'une couronne brillante
J. Xiao *et al.*, J. Microsc. 2018



Cristallisation *in situ* de l'or (en TEM)
D. Alloyeau *et al.*, Nanolett. 2015

Effets possibles de l'irradiation :

- Contraste pouvant changer au fur et à mesure du balayage
- Cristallisation éventuelle d'espèces
- Modification du pH

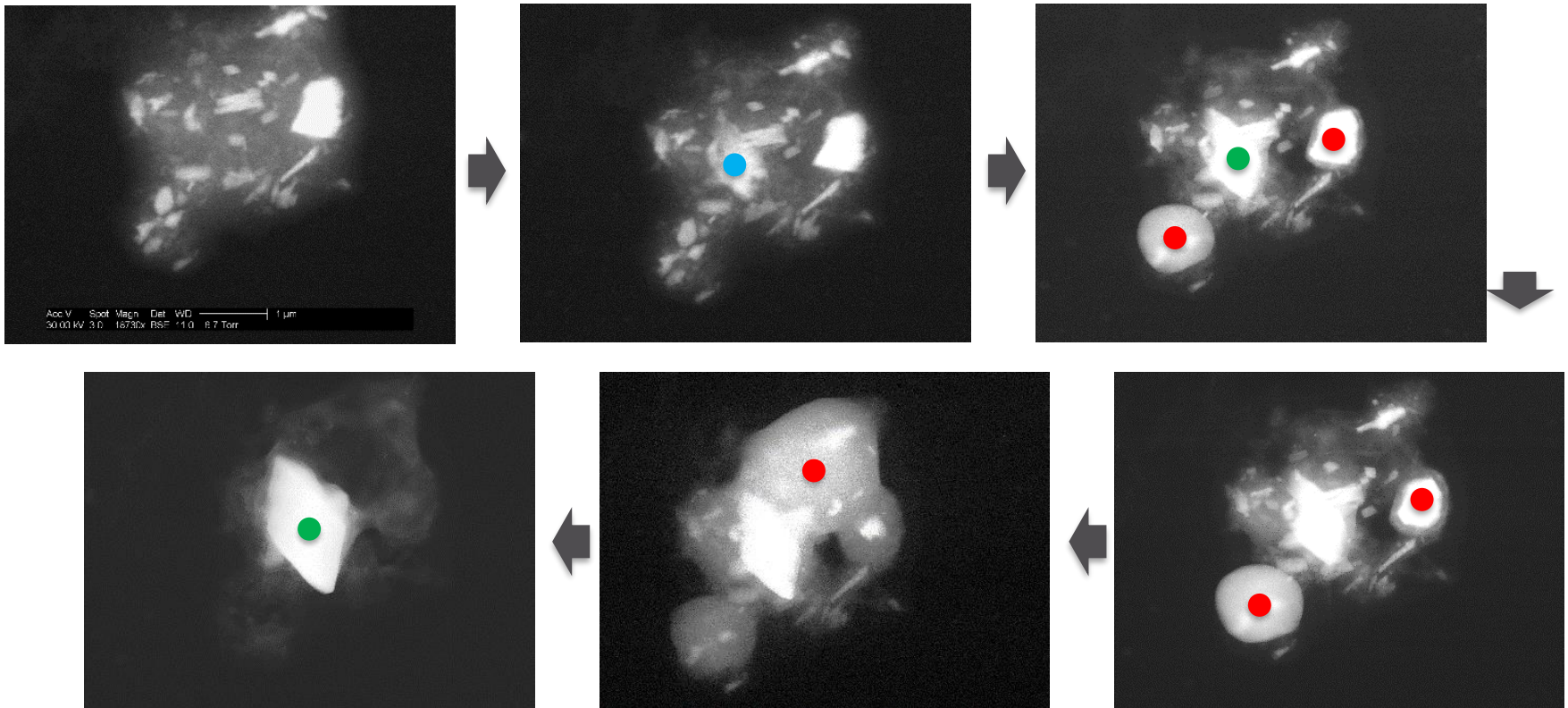
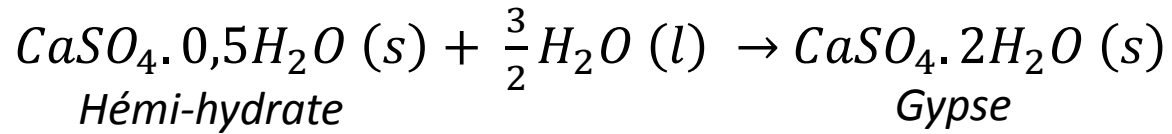
Explication par la création d'espèces réactives par hydrolyse de l'eau

- Différentes cinétiques
- Différents comportements (diffusion ou pas)

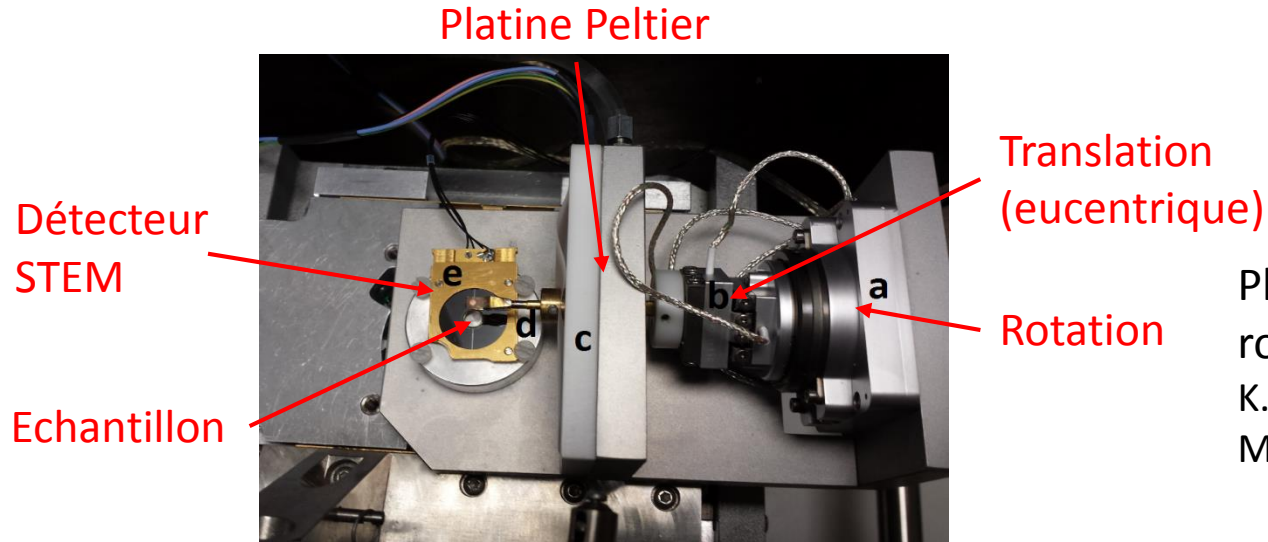
3. Suivi de réaction en 2D

Suivi de la germination du gypse à partir d'hémi-hydrates de sulfates de calcium :

- visualisation directe *in situ* des processus de **dissolution** / **germination** / **croissance**
- Analyse des cinétiques

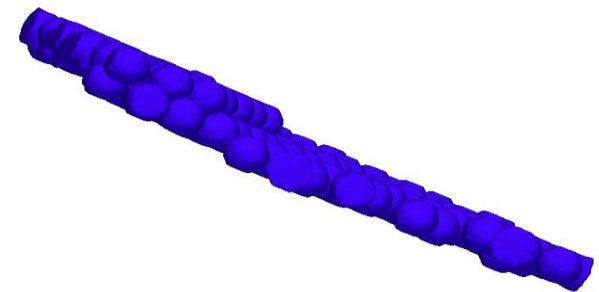
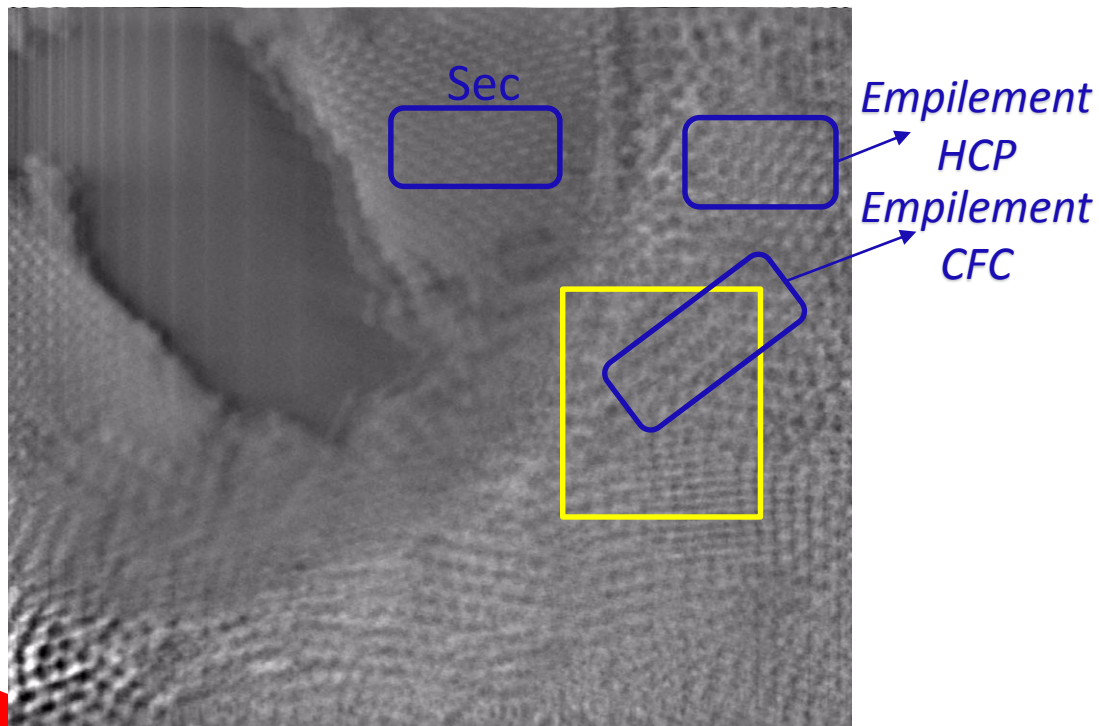


4. Passage au 3D



Platine refroidie permettant la rotation

K. Masenelli-Varlot *et al.*, *Microsc. Microanal* 2014





Accès au MEB environnemental (et au MET environnemental) du CLYM

Appels à projets : mi-mai, mi-novembre

Si projet retenu, prise en charge du temps de faisceau (max 5j) et des frais de déplacement

Infos : <http://metsa.prod.lamp.cnrs.fr/>