



**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses**  
**Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012**

## **Observation d'échantillon dans un microscope électronique à balayage sous environnement gazeux**

**Christian Mathieu, Lahcen Khouchaf**

Univ-Lille Nord de France, Université d'Artois, SP 18 62307 Lens Cedex.

Univ-Lille Nord de France, Ecole des Mines de Douai, 941, rue Charles Bourseul BP.10838 59508  
Douai- France.

christian.mathieu@univ-artois.fr, lahcen.khouchaf@mines-douai.fr

L'observation d'un échantillon à l'aide d'un microscope électronique à balayage conventionnelle (CSEM) nécessite un échantillon conducteur ou rendu conducteur par une métallisation préalable. Cette préparation induit souvent une introduction d'artefact tout en étant par exemple imparfaite pour l'observation d'échantillon pulvérulent isolant, hydratés ou biologiques. En effet, des phénomènes de charges apparaissent fréquemment rendant difficile une bonne observation.

L'apparition d'une nouvelle gamme de microscope électronique a permis d'éliminer ou de limiter les problèmes de charges en utilisant le gaz de l'enceinte d'analyse. Lors de l'observation d'échantillon isolant non métallisé, il y a accumulation de charges négatives à la surface de l'échantillon. Lors du passage du faisceau électronique, il y a création d'ions positifs qui proviennent de l'interaction faisceau électronique - gaz qui vont annihiler les charges négatives présentes en surface.

Les électrons issus de l'interaction électron-matière sont ensuite collectés pour permettre l'observation de l'échantillon.

Contrairement à CSEM, il existe différents types de détecteurs dans un ESEM:

- Le détecteur d'électrons rétrodiffusés dont le fonctionnement ne tient pas compte des interactions électrons-gaz
- Les détecteurs que l'on peut qualifier de détecteurs de type pseudo-secondaire qui sont :
- Le détecteur à amplification gazeuse. Ce détecteur a été développé et est employé dans le microscope environnemental (ESEM)
- Le détecteur à courant échantillon et le détecteur VPSE qui sont principalement

utilisés dans les microscope électronique à balayage du type VPSEM, CPSEM et Low Vacuum SEM). Ces détecteurs dans leur principe de fonctionnement vont dépendre de l'interaction gaz - électrons.

L'opérateur dispose en plus des paramètres classiques (choix de la tension d'accélération, de la distance de travail, taille de sonde) d'un paramètre supplémentaire qui est la pression.

L'objectif de TP est l'étude de l'influence de l'interaction électrons -gaz sur le fonctionnement des différents détecteurs en présence de gaz dans la chambre d'analyse.

## 1. Imagerie avec les détecteurs en mode haute pression.

### 1.1 Ajustement de la pression de consigne pour élimination des phénomènes de charges

Un échantillon isolant est utilisé pour cette partie.

Dans le mode basse pression, en se plaçant à 15 kV, visualiser les effets de charges.

Dans le mode haute pression, en maintenant cette tension de 15 kV, chercher le point d'équilibre des charges. Vous constatez que ce type de microscopie permet de s'affranchir de ce phénomène de charge.

### 1.2 Imagerie avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés

#### 1.2.1 Variation du rapport signal bruit avec la pression

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à 1 Pa, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires, faire varier la pression en se plaçant par exemple 266 Pa (2 Torr).

Vous constatez que la qualité de l'image a varié. L'augmentation de la pression du gaz dans l'enceinte du microscope a modifié l'image. Proposer une interprétation

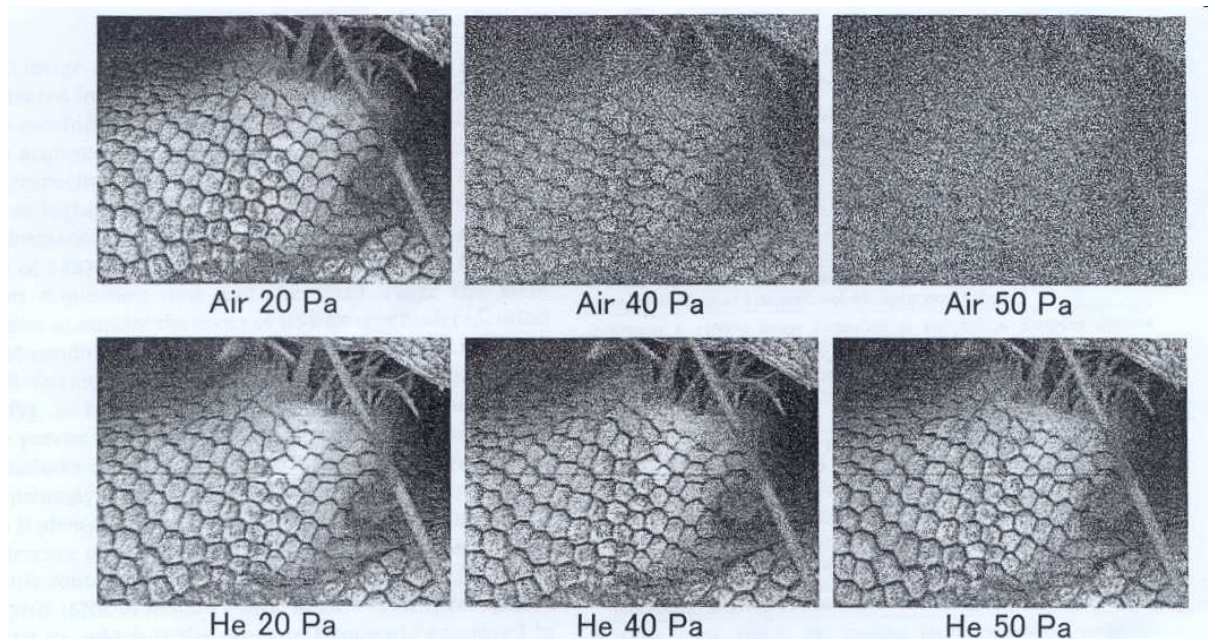
#### 1.2.2 Variation du rapport signal bruit avec la tension d'accélération

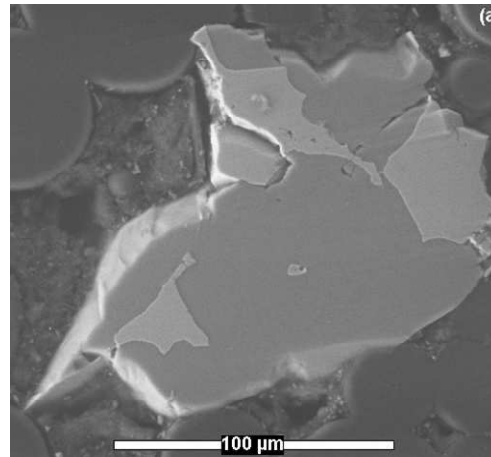
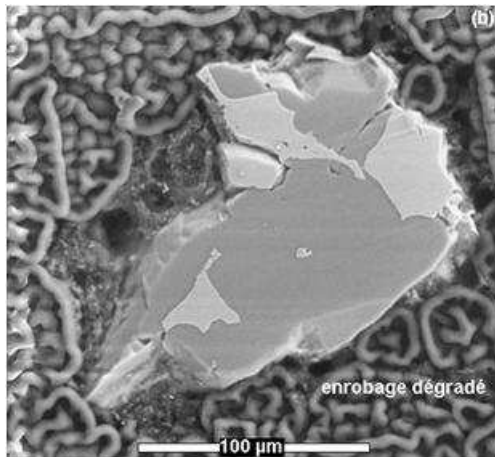
Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à la pression optimale, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires (taille de sonde, distance de travail et pression), faire varier la tension d'accélération. Que constatez-vous ?

#### 1.2.3 Variation du rapport signal bruit avec la distance de travail

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à la pression optimale, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires (taille de sonde, tension d'accélération et pression), faire varier la distance de travail. Que constatez-vous ?

#### 1.2.4 Influence de la nature du gaz





Sous Hélium

Sous Vapeur d'eau

Interpréter les images.

### 1.3 Imagerie avec le détecteur de pseudo-secondaire

En utilisant le même échantillon, une démarche analogue sera entreprise pour comparer l'effet de l'interaction gaz-électrons sur le principe de fonctionnement de ces détecteurs.

#### 1.3.1 Variation du rapport signal bruit avec la pression

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à 1 Pa, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires, faire varier la pression en se plaçant par exemple à 266 Pa (2 Torr).

Vous constatez que l'image a été modifiée. L'augmentation de la pression du gaz dans l'enceinte du microscope a modifié l'image. Proposer une interprétation

#### 1.3.2 Variation du rapport signal bruit avec la tension d'accélération

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à la pression optimale, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires (taille de sonde, distance de travail et pression), faire varier la tension d'accélération. Que constatez-vous ?

#### 1.3.3 Variation du rapport signal bruit avec la tension de polarisation

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à la pression optimale, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires (taille de sonde, distance de travail et pression), faire varier la tension de polarisation.

Que constatez-vous ?

#### 1.3.4 Variation du rapport signal bruit avec la distance de travail

Pour l'échantillon fourni, se placer à 15 kV et à la pression optimale, faire une image correcte de l'échantillon. En conservant les mêmes conditions opératoires (taille de sonde, tension d'accélération et pression), faire varier la distance de travail. Que constatez vous ?



GRUPEMENT NATIONAL DE  
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE  
ET DE MICROANALYSES



*En convention de coopération avec la Société Française de Physique*



Université Lille Nord de France

Pôle de Recherche  
et d'Enseignement Supérieur

## 1.4 Conclusion

Quelle conclusion générale peut-on tirer du fonctionnement de ces détecteurs en mode haute pression en fonction des paramètres opératoires du microscope.

## 2. Autres Exemples

### **2.1 Observation d'un échantillon faiblement hydraté.**

L'échantillon considéré est un morceau de pomme de terre. Observer sous une pression de 133 Pa (1 Torr) à 5 kV (voir plus basse si possible) jusqu'à 15 kV un morceau de l'échantillon. Il y a possibilité d'observer en direct et sans une déformation trop importante de l'échantillon. Optimiser les réglages en fonction de la nature des détecteurs.