

**Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Bordeaux, 3-7 juillet 2017**

TDC-02 : MEB Pression contrôlée (durée 1h30)

Coordinateur : Christian MATHIEU

christian.mathieu@univ-artois.fr

Résumé :

- Connaître l'intérêt du MEB sous pression contrôlée
- Comprendre le mode de fonctionnement des différents détecteurs dans ces conditions de pression particulières

1. Objectif du TD.

Ce TD a pour objectif de présenter l'intérêt de la technique, ses avantages et ses limites. Il permet aussi de comprendre le fonctionnement des détecteurs dans le mode sous pression contrôlée ou sous environnement gazeux.

2. Partie descriptive du TD.

L'observation d'un échantillon à l'aide d'un microscope électronique à balayage conventionnelle (MEB-C) 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 (MEB-EG) 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 au MEB-C, il existe différents types de détecteurs dans les MEB-EG :

- 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 utilisent les électrons, les ions et les photons.

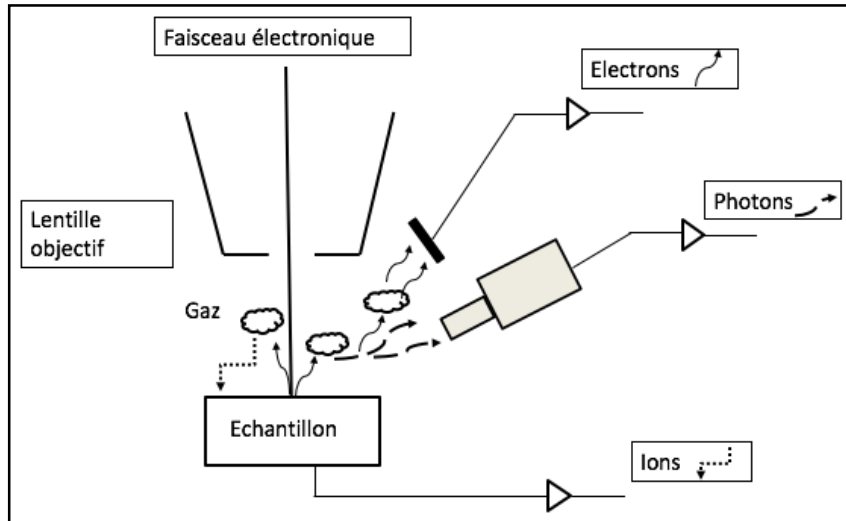


Figure 1. Les différents types de signaux (électrons, photons et ions) résultant de l'interaction des électrons émis par l'échantillon avec le gaz.

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.

3. Partie expérimentale du TD.

3.1 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.

3.2 Imagerie avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés

3.2.1 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

3.2.2 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 ?

3.2.3 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 ?

3.2.4 Influence de la nature du gaz

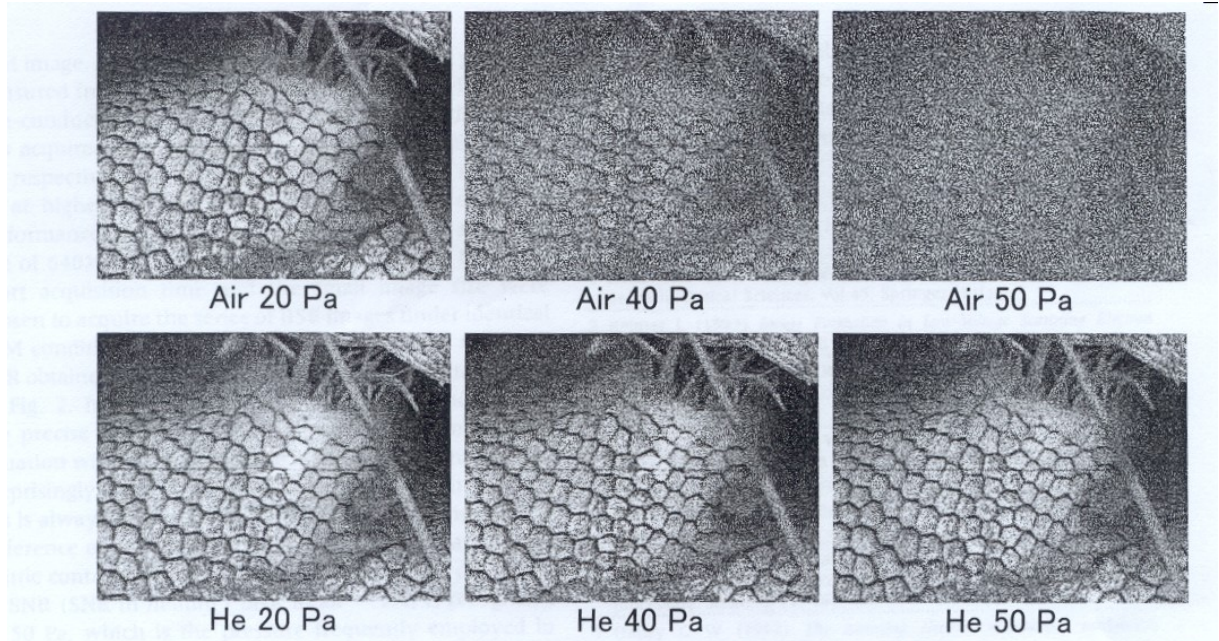
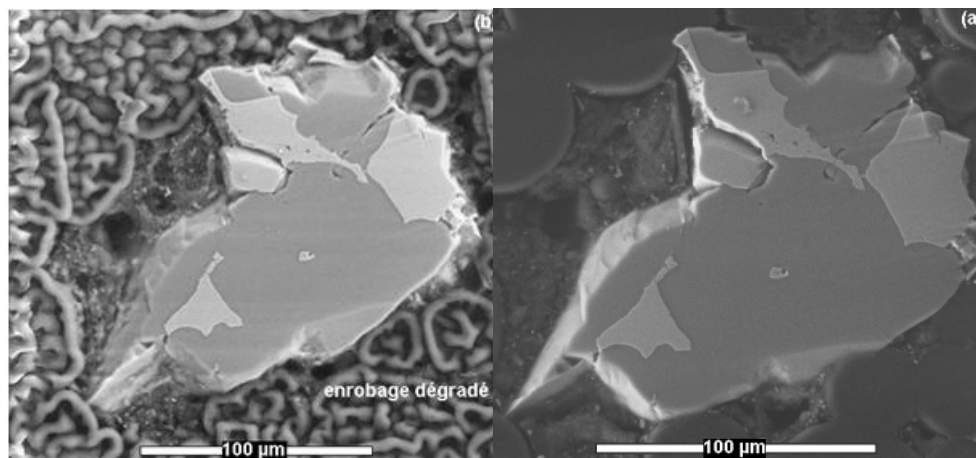


Figure 2 Images obtenues en changeant la nature du gaz



Sous Hélium

Sous Vapeur d'eau

Figure 3 Images obtenues en changeant la nature du gaz

Interpréter les images.

3.3 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.

3.3.1 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

3.3.2 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 ?

3.3.3 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 ?

3.3.4 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 ?

3.4 Conclusion

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

3.5. Autres Exemples

3.5.1 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.

4. Bibliographie

Pour aller plus loin,



Monique Repoux, Christian Mathieu

La microscopie électronique à balayage à pression contrôlée 243-266

Microscopie électronique à balayage et Microanalyses – EDP Sciences

Lahcen Khouchaf, Christian Mathieu

La microscopie à balayage sous environnement gazeux. Du principe à l'étude optimisée des matériaux. Edition Ellipses -