

La Microscopie Électronique à Balayage Environnementale: **Le choix de l'expérimentation *in situ***

- Potentialités de la technique
- Raisons d'un choix orienté vers l'expérience

Service Général « Microscopies »

Jeudi 02 avril 2009

LME - Présentation générale

— Les microscopies électroniques → informations microstructurale, topographique, cristallographique et chimique jusqu'à l'échelle de l'atome

— Importance de la qualité des préparations

— Organisation du Service Général « Microscopies »

- > Plateforme analytique
- > Recherches menées en collaboration avec les autres équipes de l'ICSM



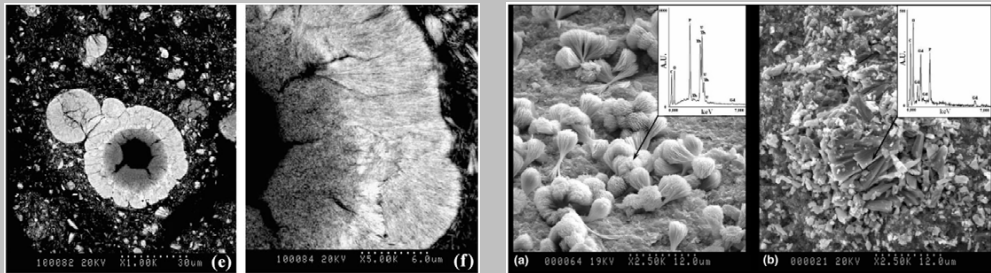
Jeudi 02 avril 2009

LME - Matière minérale

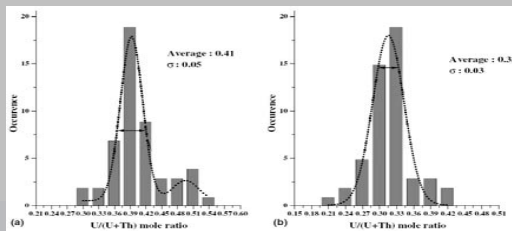
Maîtrise des techniques de préparation de la matière minérale pour observations MEB/MET

Développement de modes opératoires spécifiques

> Morphologie des produits d'altération



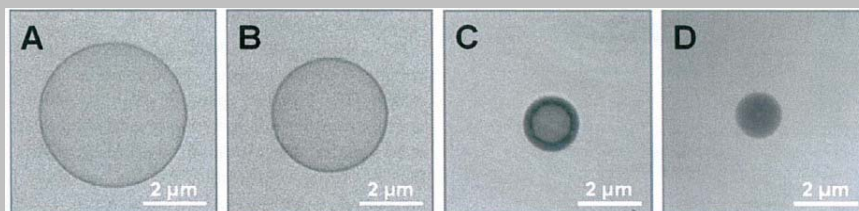
> Composition des matériaux



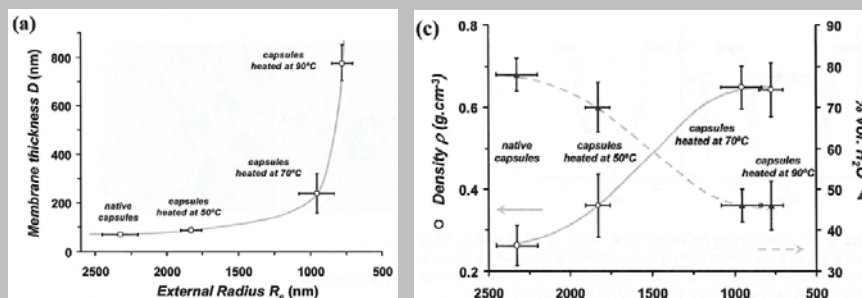
LME - Matière molle

Développement de la microscopie par rayons X mous appliquée à l'observation de la matière molle

> Imagerie directe des objets



> Calcul de paramètres physico-chimiques



(D'après Dejugnat et al. 2007)

Choix du MEB : FEI Quanta 200 ESEM FEG ...



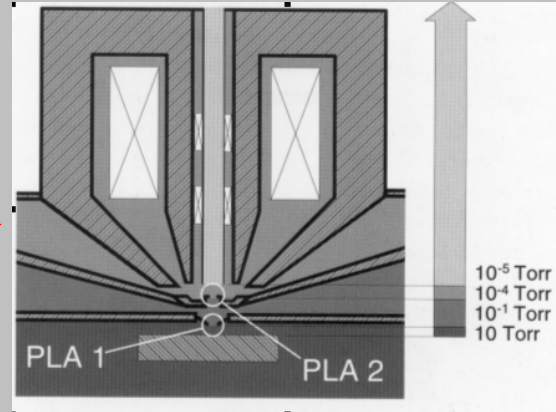
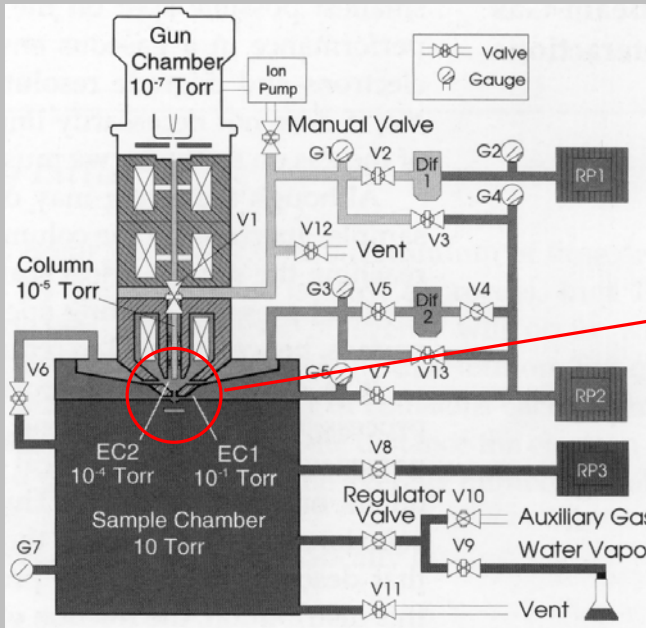
Jeudi 02 avril 2009

... Couplé à l'analyseur Bruker 5010 SDD



Jeudi 02 avril 2009

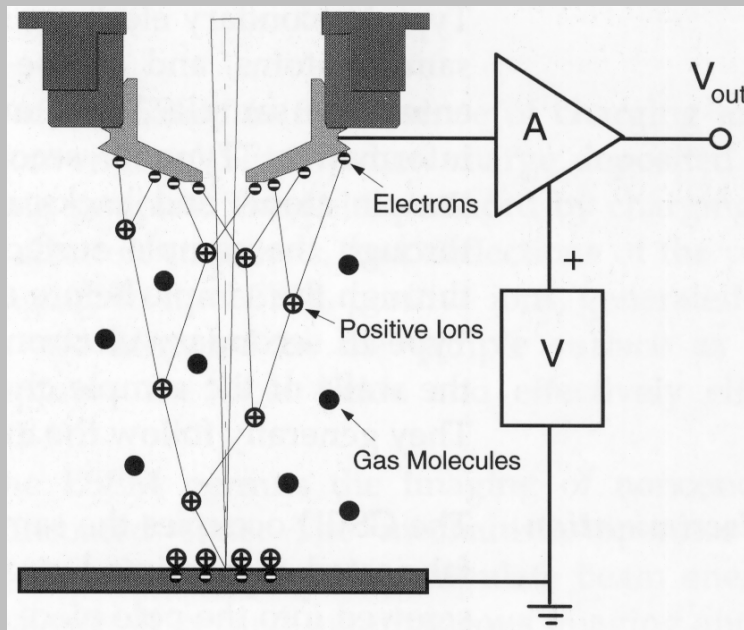
Spécificités du microscope ESEM



→ Système de vide différentiel dans le MEB ESEM

Jeudi 02 avril 2009

Spécificité du microscope ESEM : le détecteur GSED

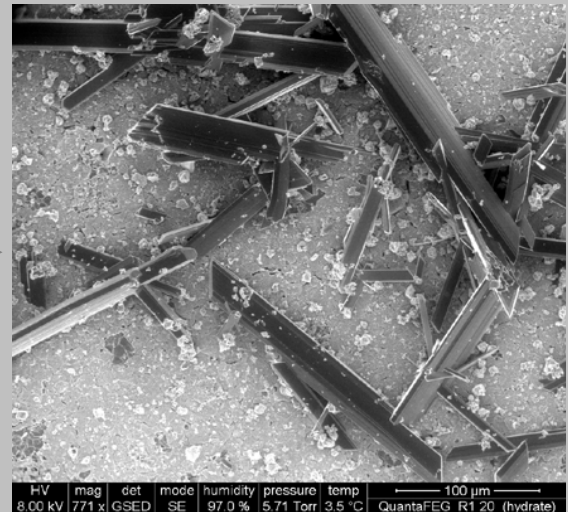
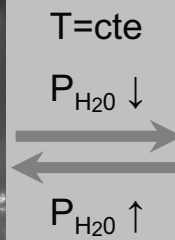
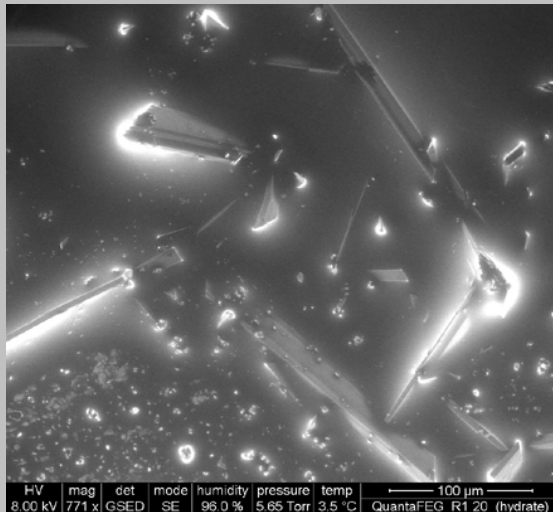


Jeudi 02 avril 2009

La platine à effet Peltier ... souffler le chaud et le froid

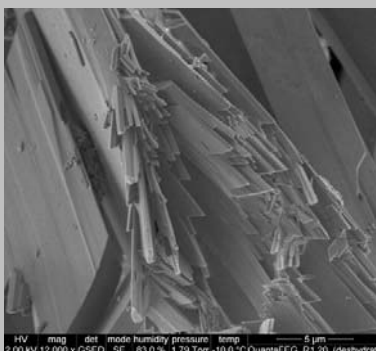
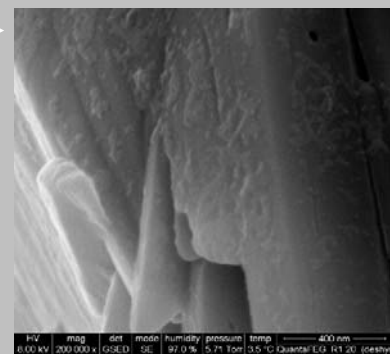
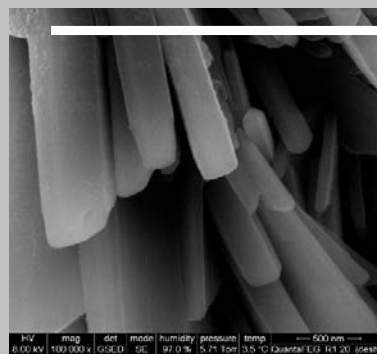
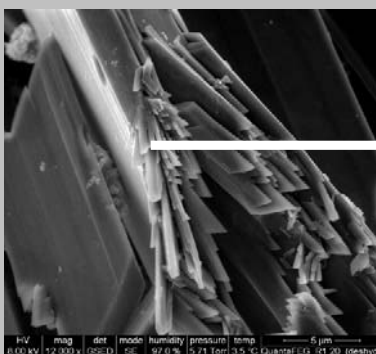
— Observation de phases reprécipitées après un test de dissolution

— Utilisation de la platine à effet Peltier (variation de P_{sat} , $-20^{\circ}\text{C} < T < T_{\text{amb}}$, tension d'accélération comprise entre 1kV et 30 kV)



Jeudi 02 avril 2009

... et des images à couper le souffle

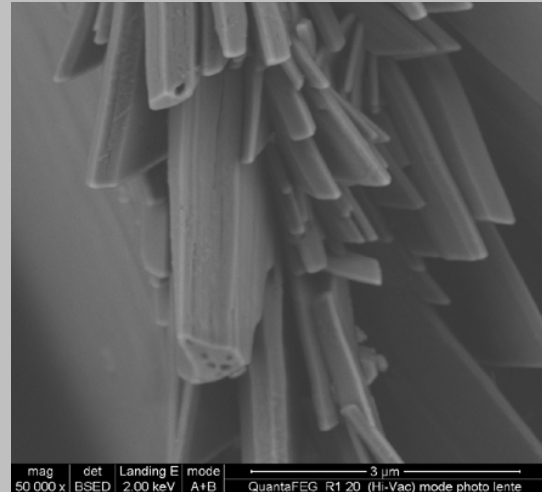
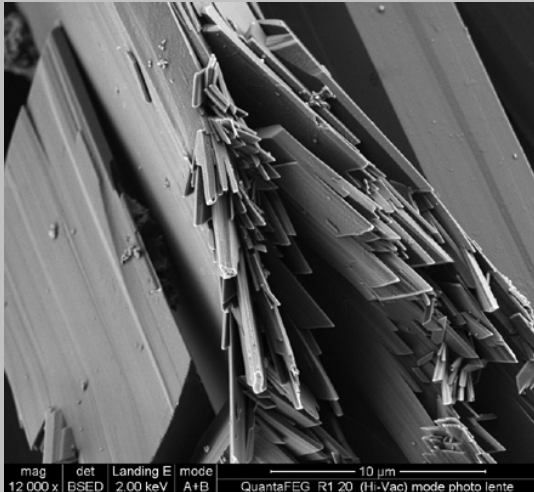


- Une qualité d'imagerie exceptionnelle ...
- ... conservée à basse tension
- Le tout, en mode environnemental

Jeudi 02 avril 2009

La platine à effet Peltier... mode haut-vide, basse tension

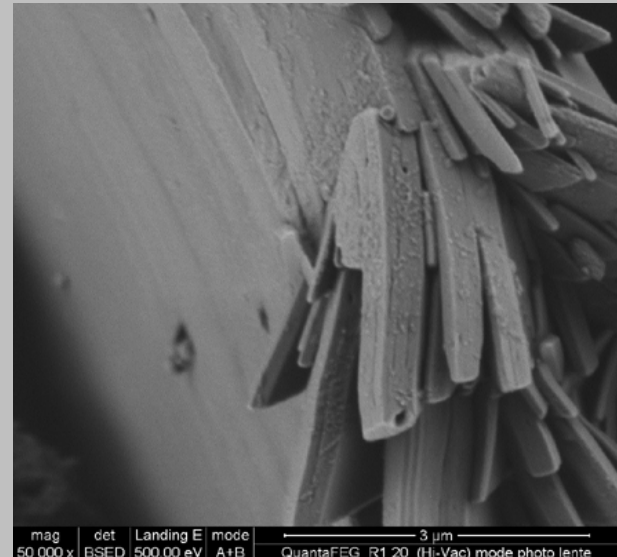
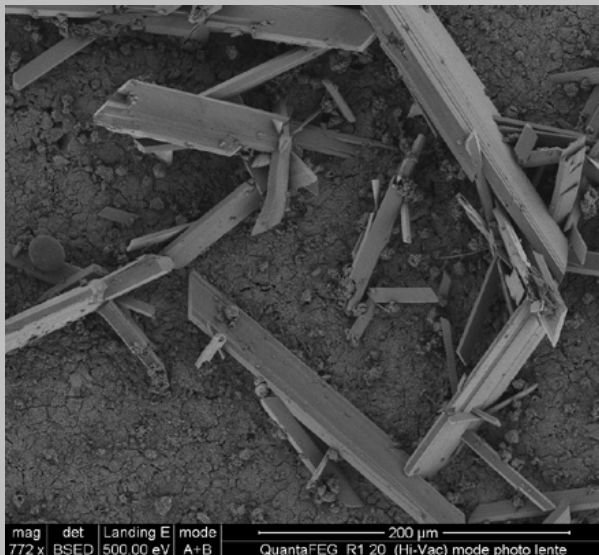
- Observation de phases reprecipitees apres un test de dissolution
- Utilisation de l'option de deceleration du faisceau d'electrons : l'echantillon est polarise negativement et conduit a la deceleration du faisceau primaire lors de l'impact sur l'echantillon



Jeudi 02 avril 2009

La platine à effet Peltier... très basse tension

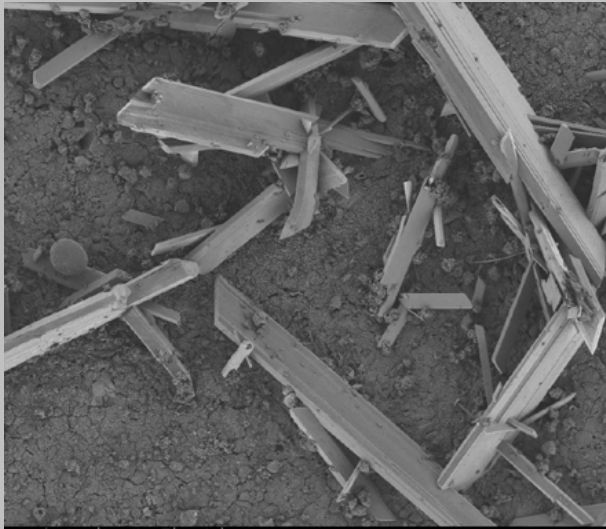
- Imagerie à une tension d'accélération de 500 V



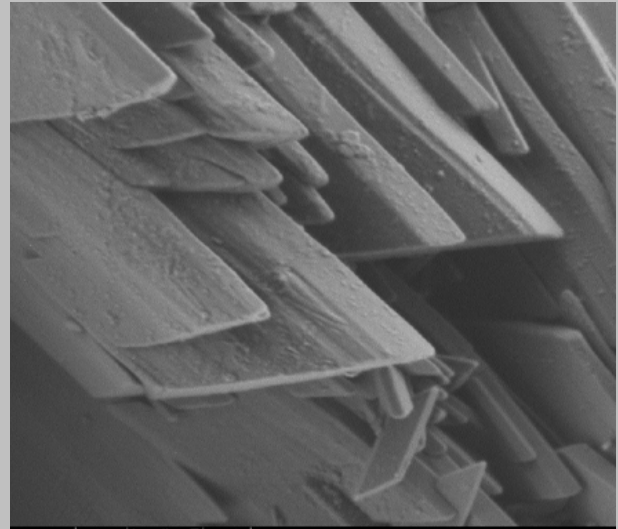
Jeudi 02 avril 2009

La platine à effet Peltier... très, très basse tension

Imagerie à une tension d'accélération de 70 V



mag 772 x det BSED Landing E 70.00 eV mode A+B 200 µm QuantaFEG R1 20 (Hi-Vac) mode photo lente



mag 50 000 x det BSED Landing E 70.00 eV mode A+B 3 µm QuantaFEG R1 20 (Hi-Vac) mode photo lente

Origine et nature des électrons émis? Contrastes observés?

La platine à effet Peltier... tout en douceur

Observation de Microbilles 40D

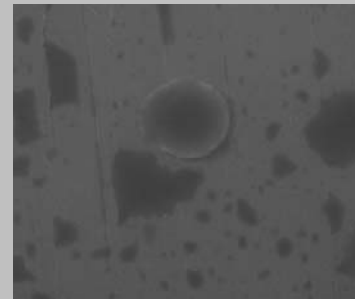
Échantillons extrêmement sensible au vide et fragile sous le faisceau



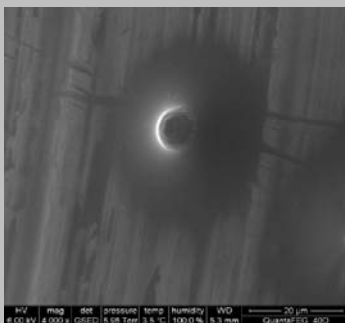
HV 15.00 kV mag 3 000 x det GSED pressure 6.38 Torr temp 3.5 °C humidity 100.0 % WD 7.0 mm 20 µm QuantaFEG 400



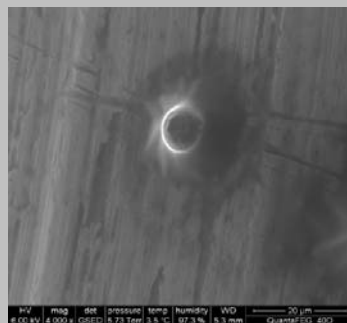
HV 15.00 kV mag 12 000 x det GSED pressure 6.20 Torr temp 3.5 °C humidity 100.0 % 5 µm QuantaFEG 400



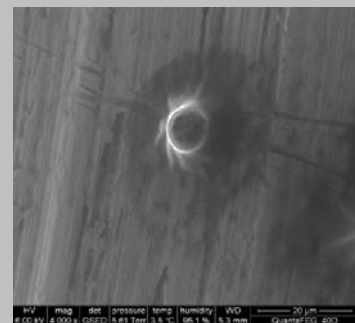
HV 6.00 kV mag 4 000 x det GSED pressure 6.28 Torr temp 3.5 °C humidity 100.0 % WD 5.3 mm 20 µm QuantaFEG 400



HV 6.00 kV mag 4 000 x det GSED pressure 5.08 Torr temp 3.5 °C humidity 100.0 % WD 5.3 mm 20 µm QuantaFEG 400



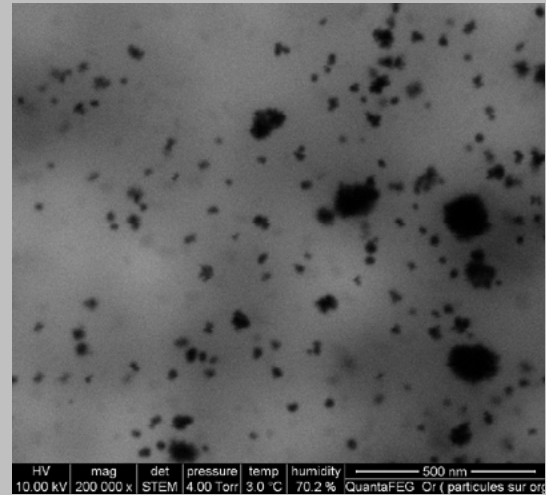
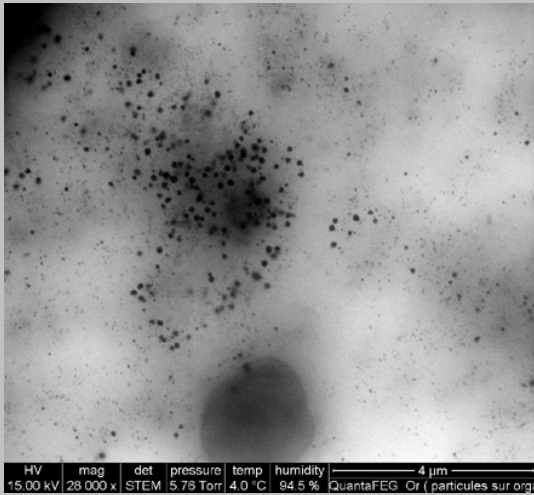
HV 6.00 kV mag 4 000 x det GSED pressure 5.73 Torr temp 3.5 °C humidity 97.3 % WD 5.3 mm 20 µm QuantaFEG 400



HV 6.00 kV mag 4 000 x det GSED pressure 5.81 Torr temp 3.5 °C humidity 95.1 % WD 5.3 mm 20 µm QuantaFEG 400

Un MET dans un MEB ... en conditions environnementales

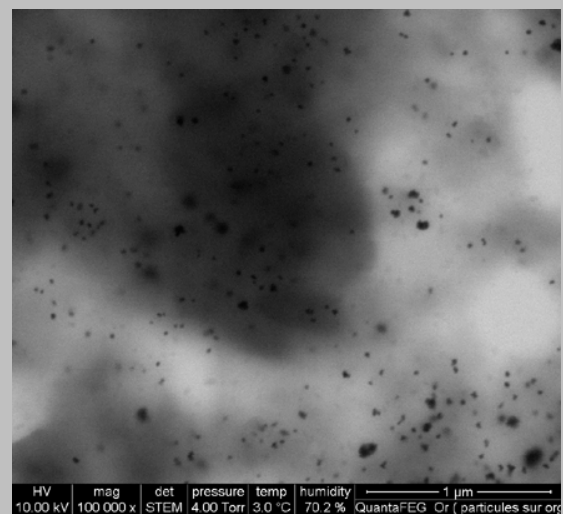
- Observation d'une dispersion de nanoparticules d'or dans de la matière organique
- Utilisation de la platine WetSTEM : travail en transmission en mode environnemental (variation de P_{sat} , $-10^{\circ}\text{C} < T < T_{\text{amb}}$, tension d'accélération comprise entre 6kV et 30 kV)



Jeudi 02 avril 2009

Un MET dans un MEB ... en conditions environnementales

- Obtention d'images de très bonne qualité
- Un MET à tension d'accélération variable:
 - L'échantillon est dégradé à 30 kV
 - La qualité des images diminue à basse tension

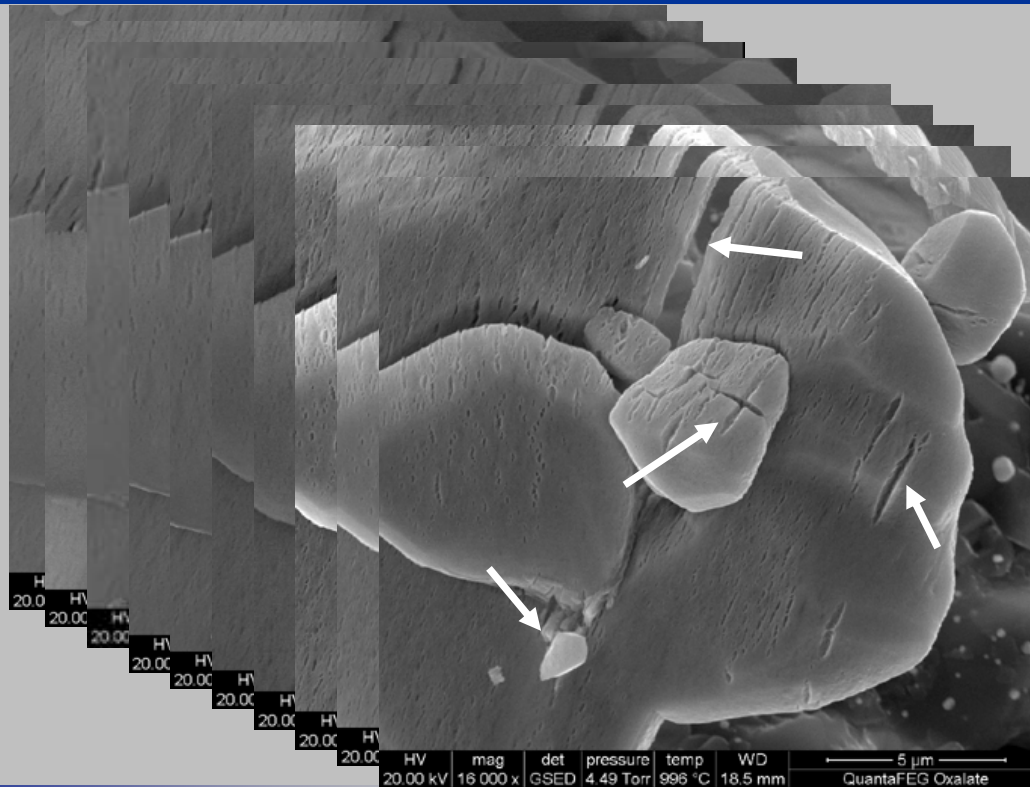


— Des potentialités nouvelles à explorer !

— *Existe aussi en version MET classique, avec imageries en champs clair et sombre... il ne lui manque plus que la diffraction des électrons!*

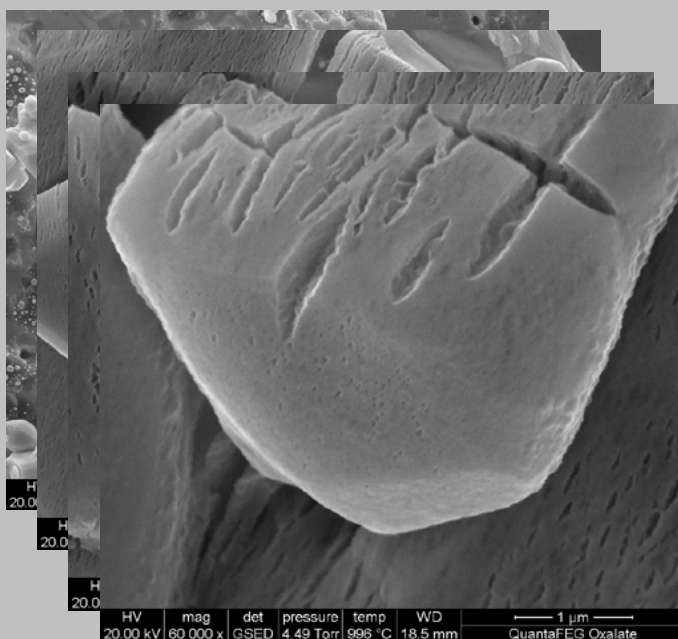
Jeudi 02 avril 2009

La chambre en température : voir les transformations



Jeudi 02 avril 2009

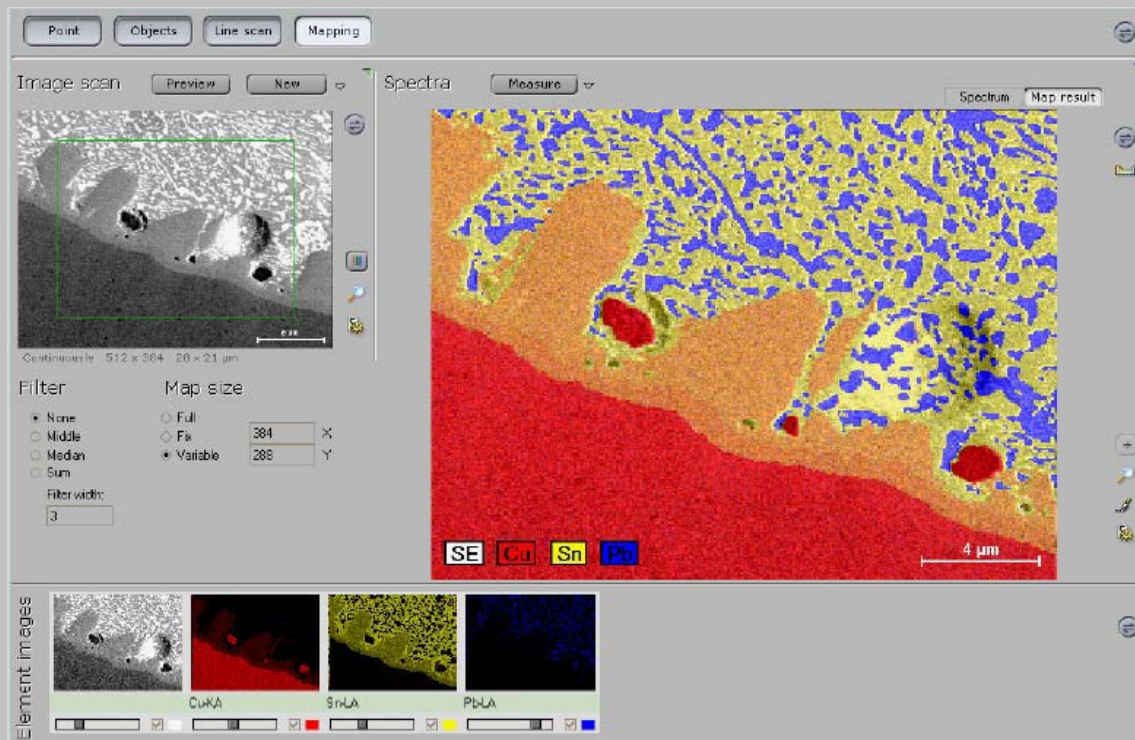
La chambre en température : voir les transformations



- Une qualité d'imagerie exceptionnelle ...
- ... qui s'améliore lorsque la température augmente
- Suivi des transformations en direct
- Coupler avec l'analyse jusque 400°C
- De T=25°C jusque 1500°C
- Utilisation d'atmosphères complexes : H₂O, Ar, N₂, N₂+H₂ ...

Jeudi 02 avril 2009

Couplage avec l'analyse EDS



Jeudi 02 avril 2009

Un outil dédié à l'expérience *in situ* ...

- Adapté aux besoins des chercheurs de l'ICSM
- « Facilité » de pilotage des modules
- Grande souplesse de changement des modules
- Couplage avec d'autres techniques de caractérisation des matériaux (DRX, Raman ...)
- Avec la capacité de coupler l'analyse qualitative et quantitative avec l'imagerie
- **MAIS** ... insuffisant pour la haute résolution et probablement besoins exprimés par d'autres utilisateurs

Jeudi 02 avril 2009

Un outil à savoir partager

- Définition d'une convention au sein du CEA Marcoule, en vue d'un échange de temps faisceau pour disposer de l'accès la microsonde électronique de Castaing et des microscopes électroniques Zeiss haute résolution
- Une ouverture vers le CEA Cadarache, l'UM2 et l'ENSCM
- Les premières images « ICSM » dans 4 à 6 mois...*(03 juillet 2008)*

Jeudi 02 avril 2009

Et maintenant ?



Jeudi 02 avril 2009

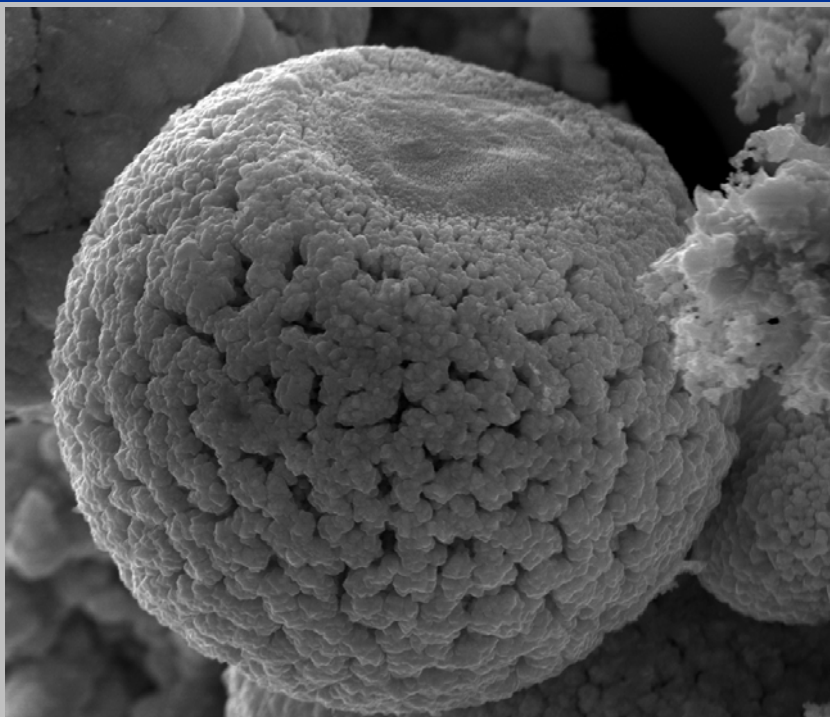
Choix du MEB : FEI Quanta 200 ESEM FEG ...



... et l'ESEM

Jeudi 02 avril 2009

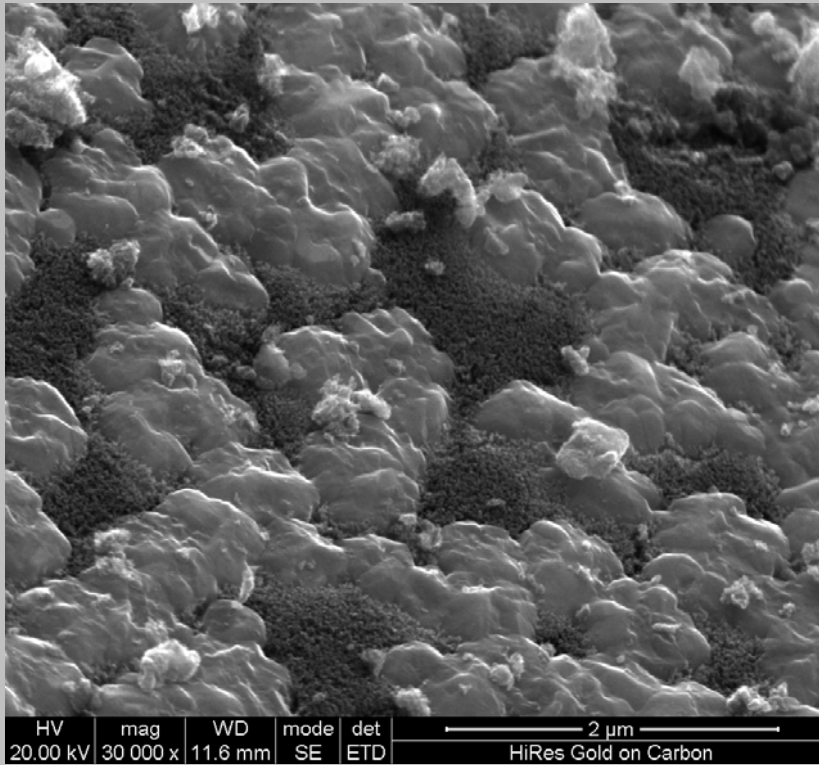
Les premières images « ICSM » ...



HV	mag	WD	det	temp	5 μm
20.00 kV	30 274 x	3.4 mm	ETD	---	CeO2 - Moins de 25 nm

Jeudi 02 avril 2009

Les premières images « ICSM » ...



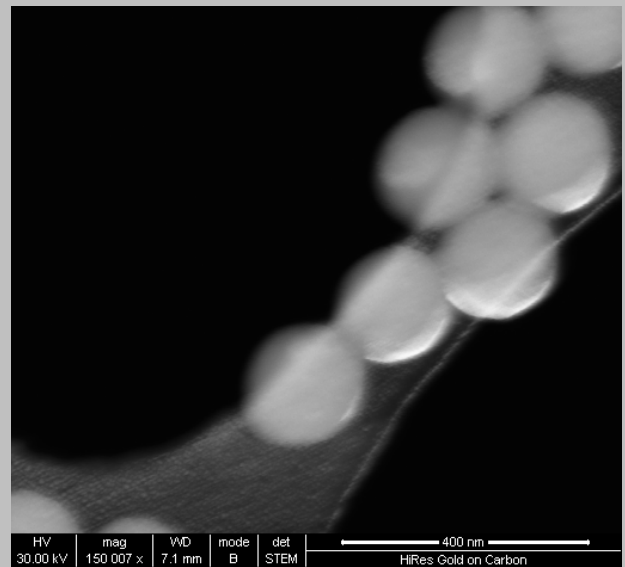
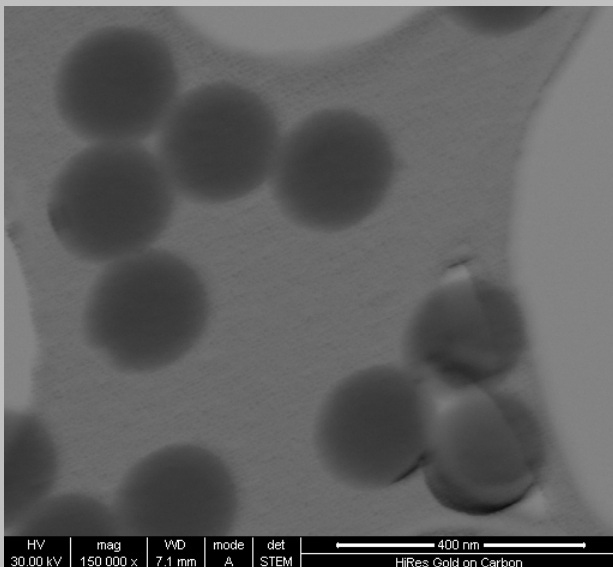
Jeudi 02 avril 2009

Les premières images « ICSM » ...

MET – Champ clair

et

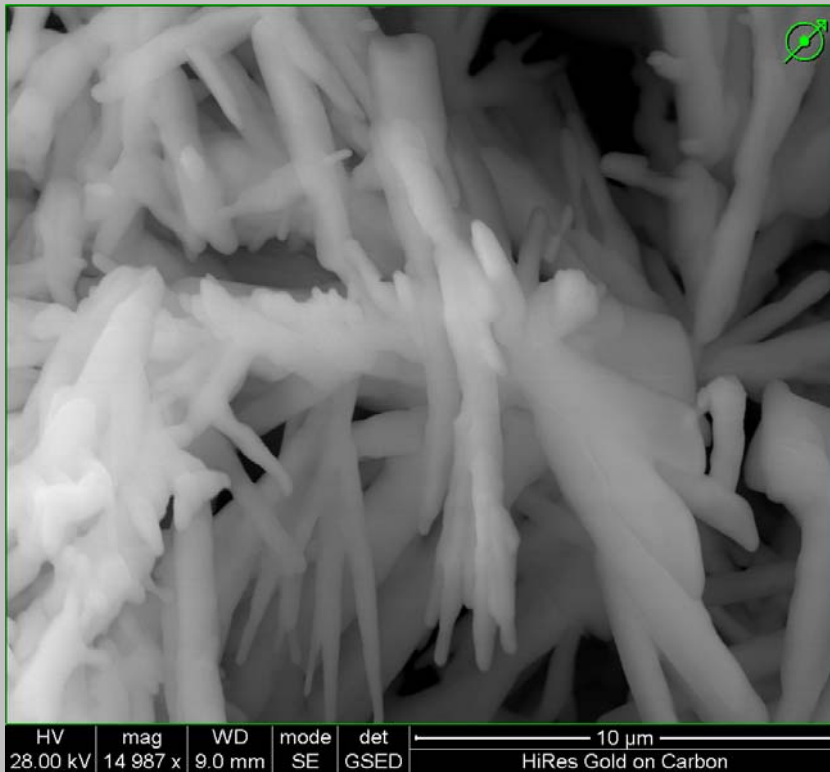
Champ sombre



Jeudi 02 avril 2009

Les premières images « ICSM » ...

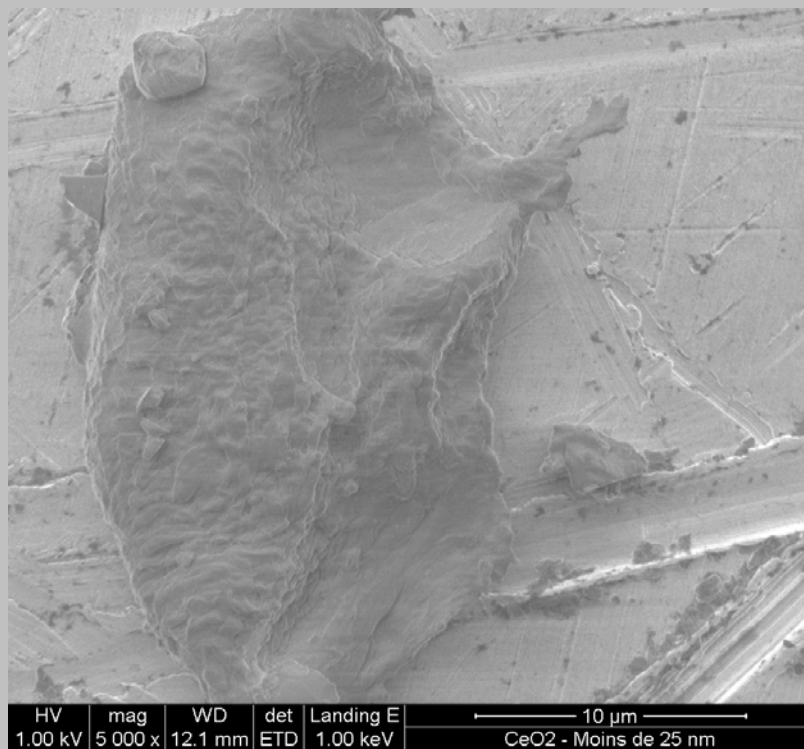
Mode environnemental



Jeudi 02 avril 2009

Les premières images « ICSM » ...

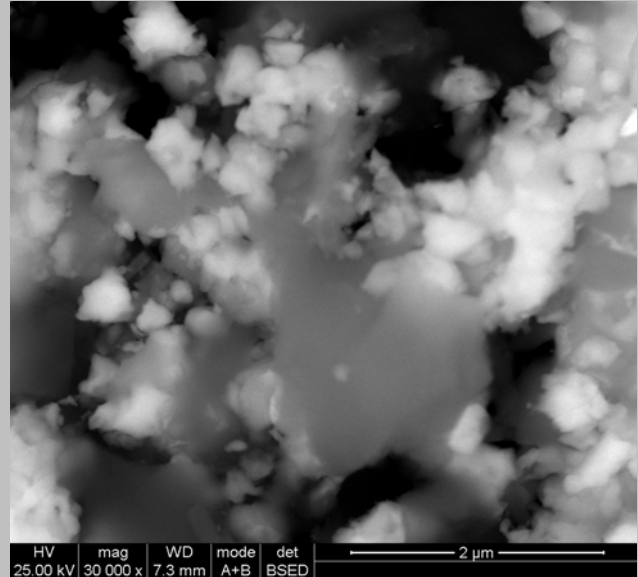
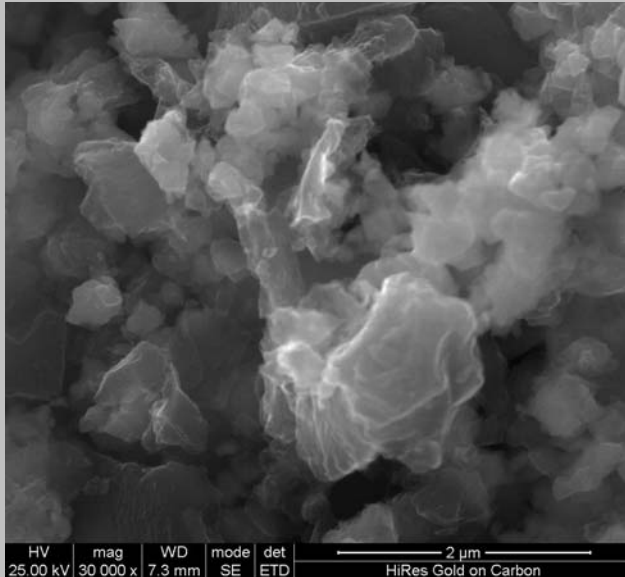
Mode Basse tension



Jeudi 02 avril 2009

Les premières images « ICSM » ...

MEB – SE et BSE



Jeudi 02 avril 2009

L'analyseur Bruker 5010 SDD

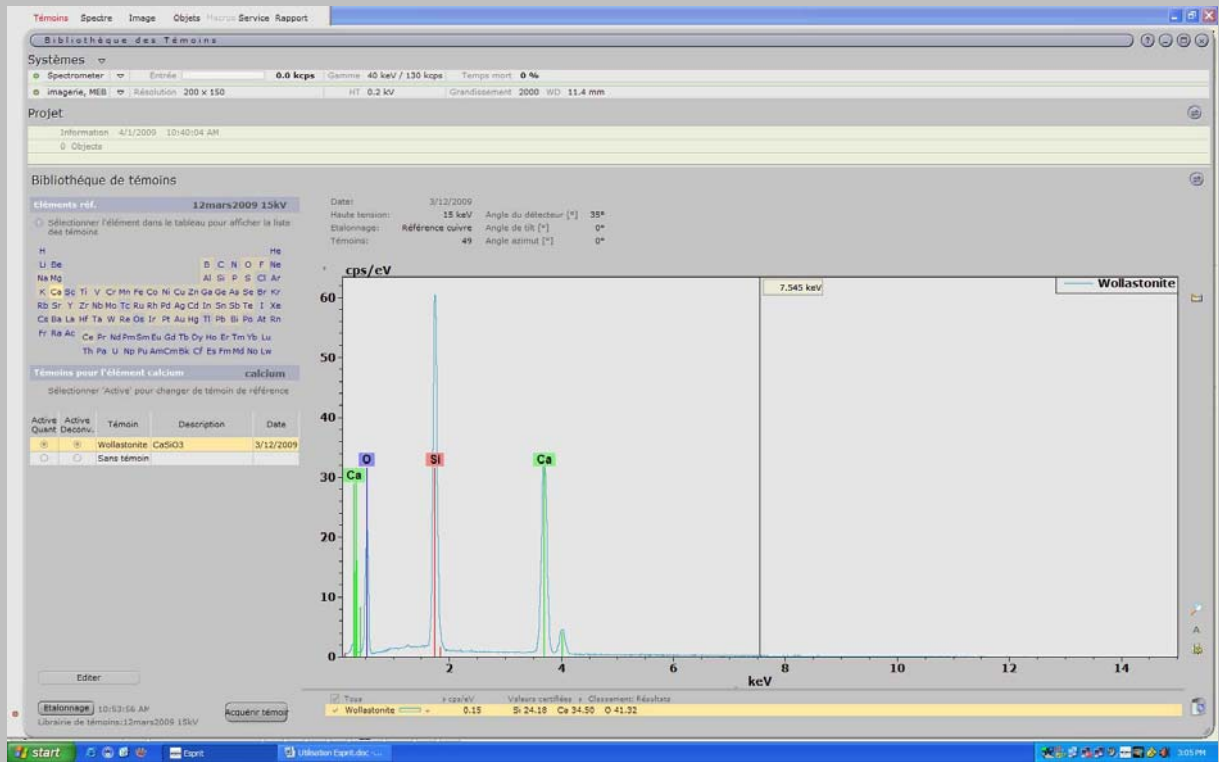
XFlash® 4010 SDD Detector



- Guaranteed energy resolution (125eV) at 100,000cps
- Stable peak position and resolution through 100,000cps
- Detection of Beryllium (4) to Americium (95)
- Maximum count rate of 1,000,000cps
- No liquid nitrogen or other cooling agents required
- No maintenance and vibration free operation

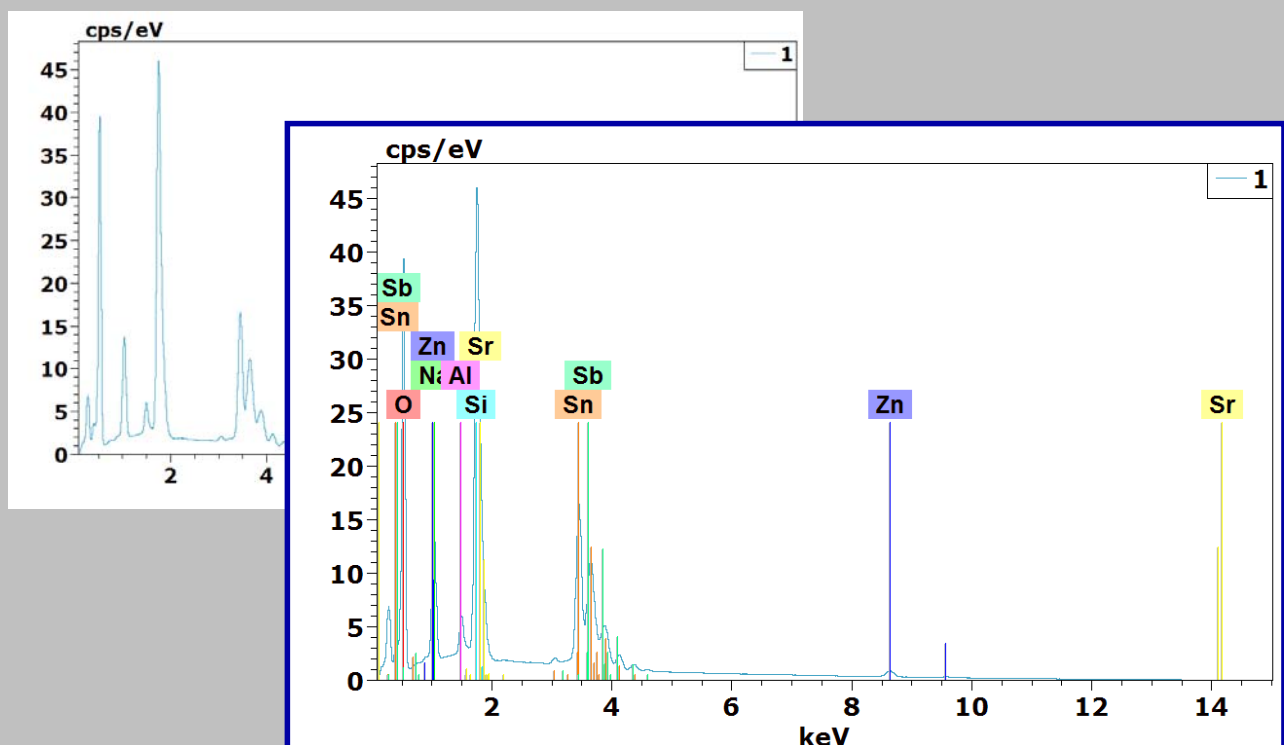
Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Standard



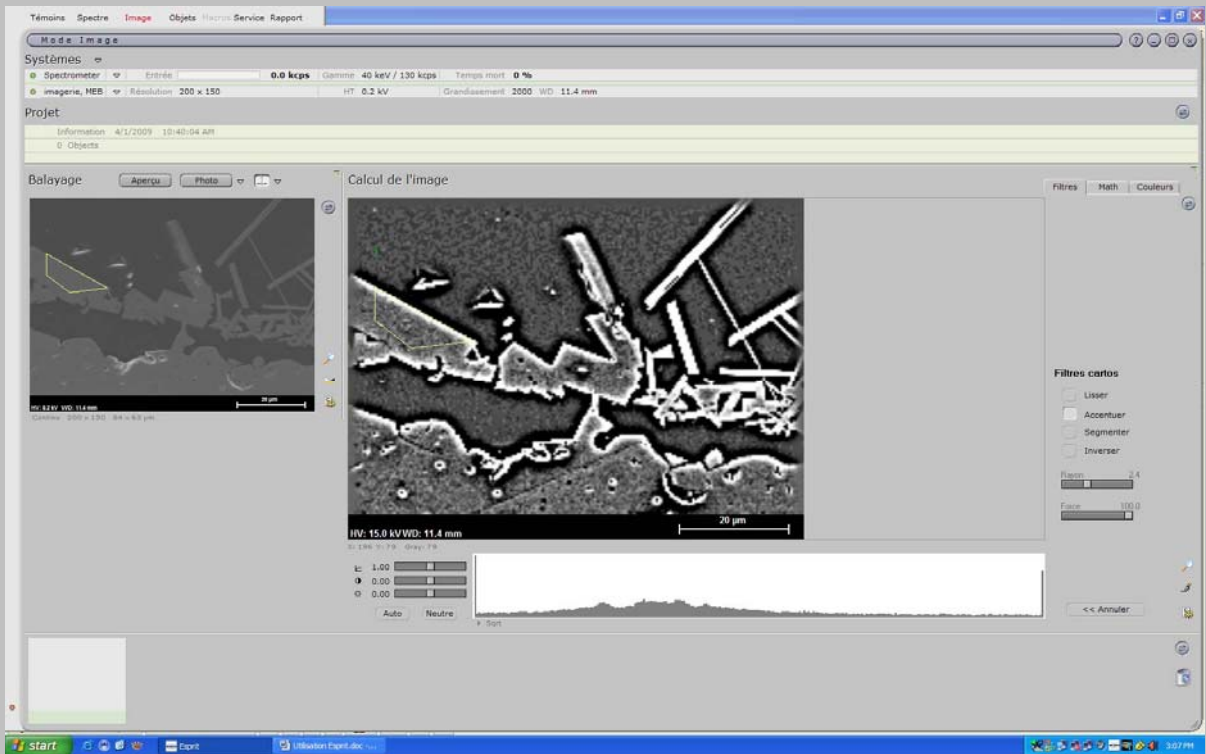
Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Spectres



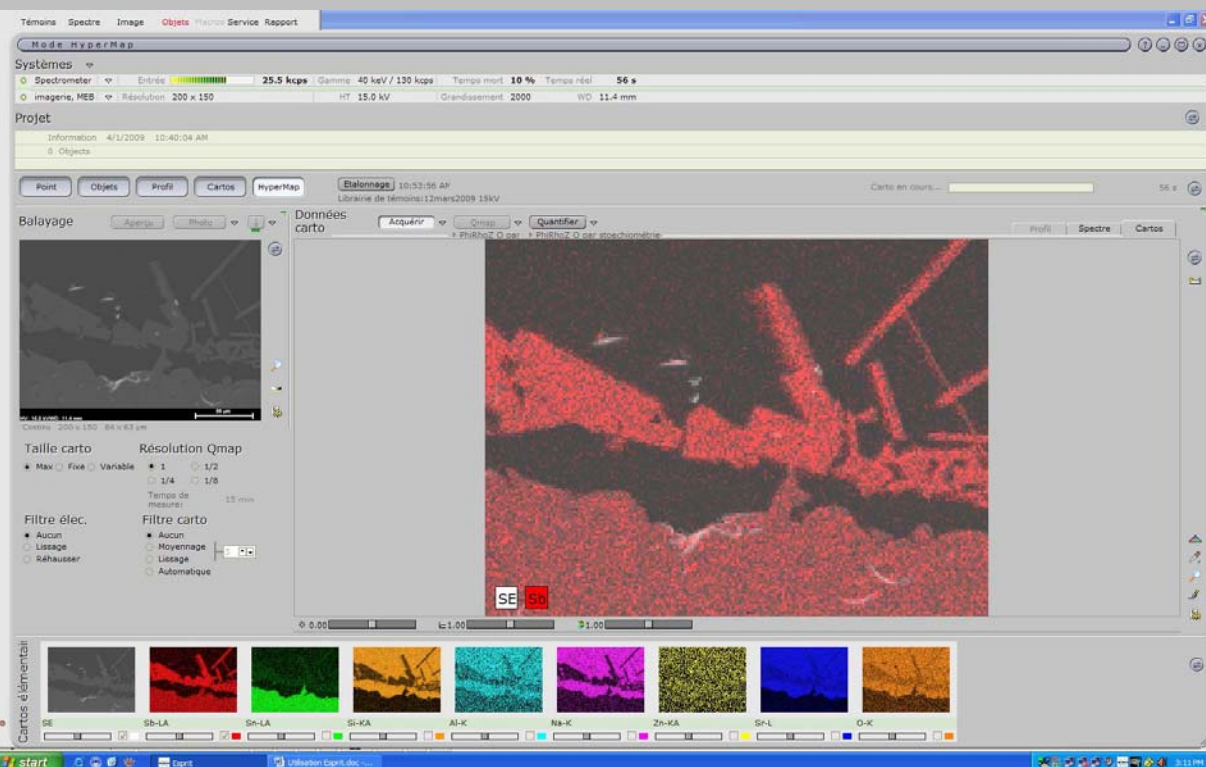
Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Imagerie



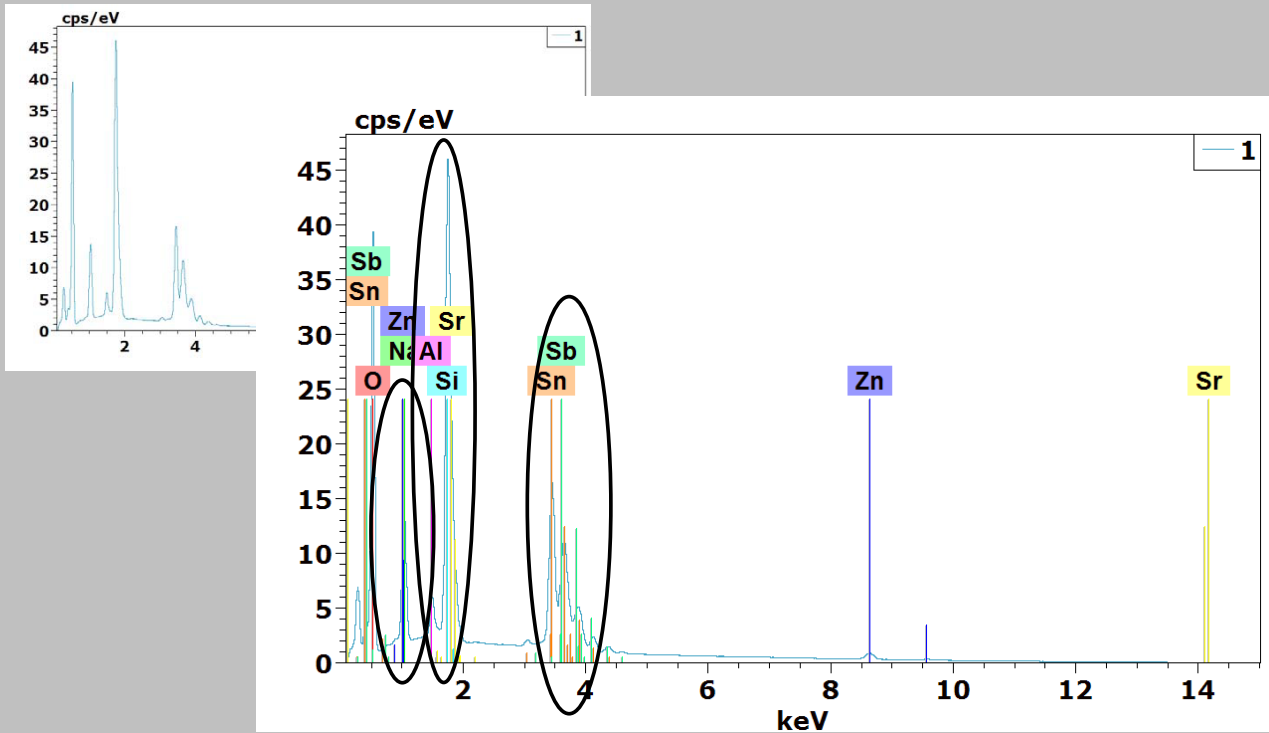
Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Hypermap



Jeudi 02 avril 2009

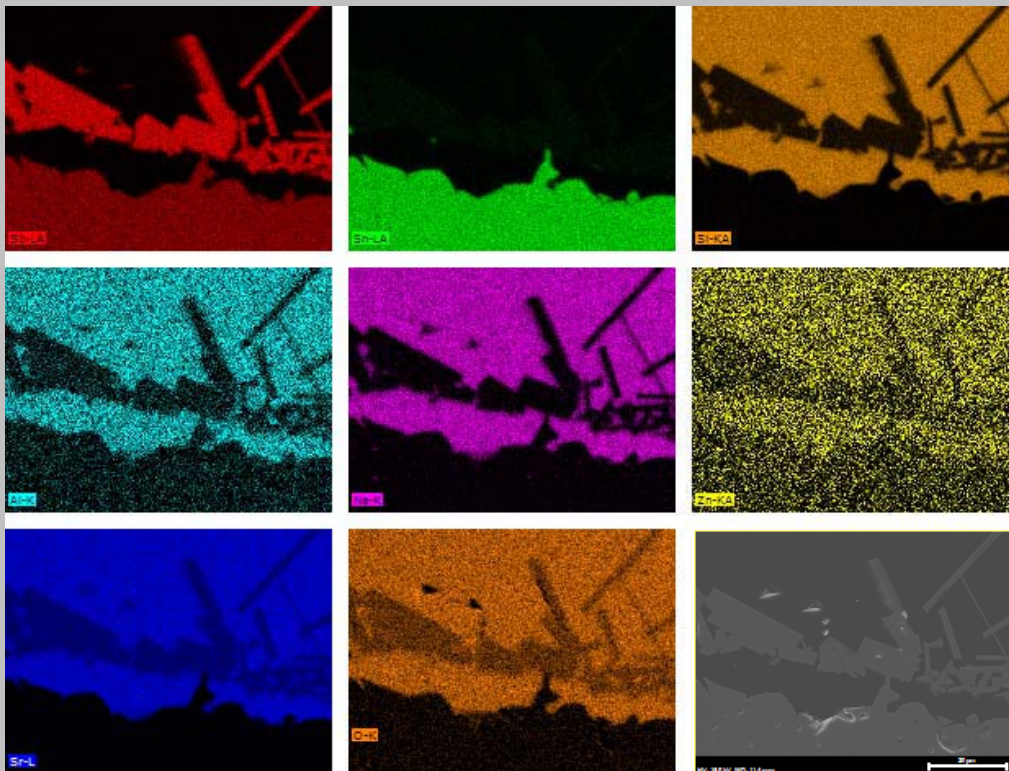
Logiciel ESPRIT - Hypermap



Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Hypermap

Cartographies de répartition élémentaire brutes



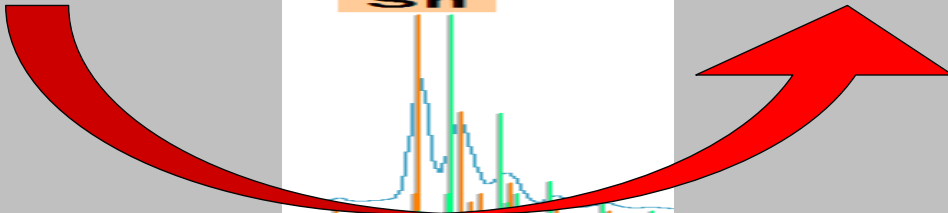
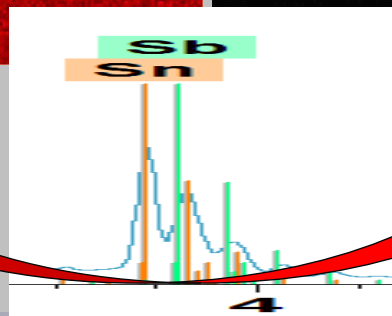
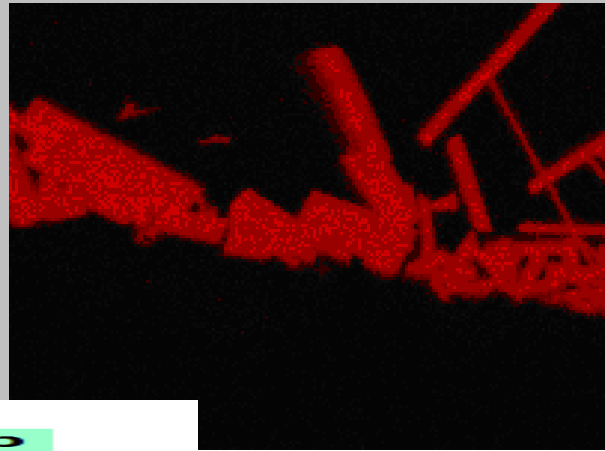
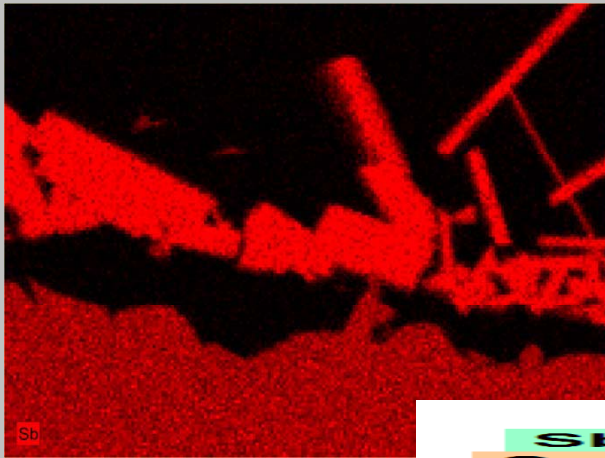
Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Hypermap

Cartographie X – brut

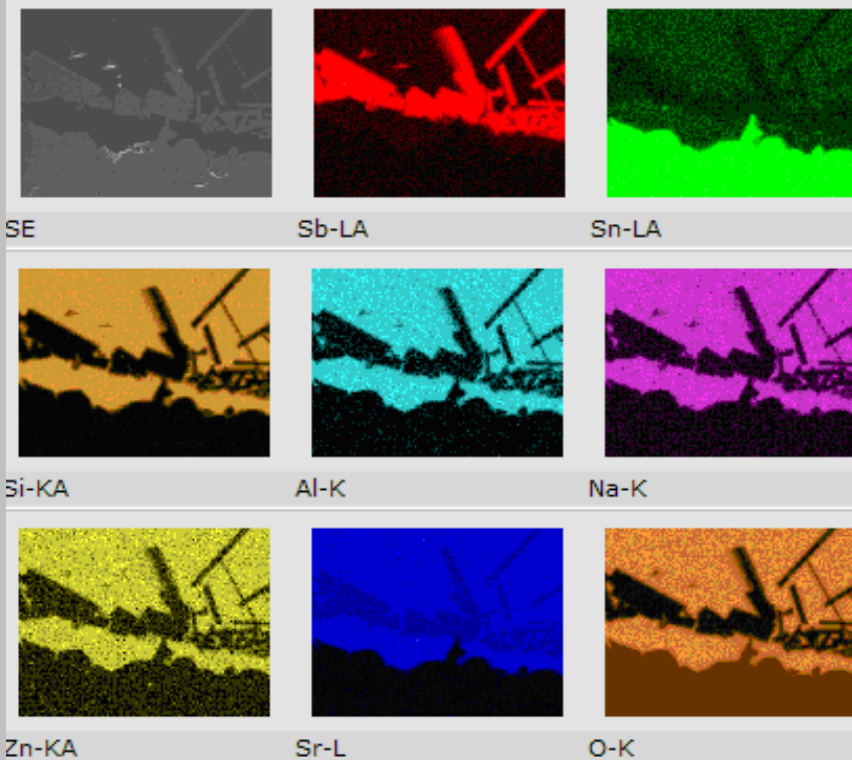
et

Après déconvolution

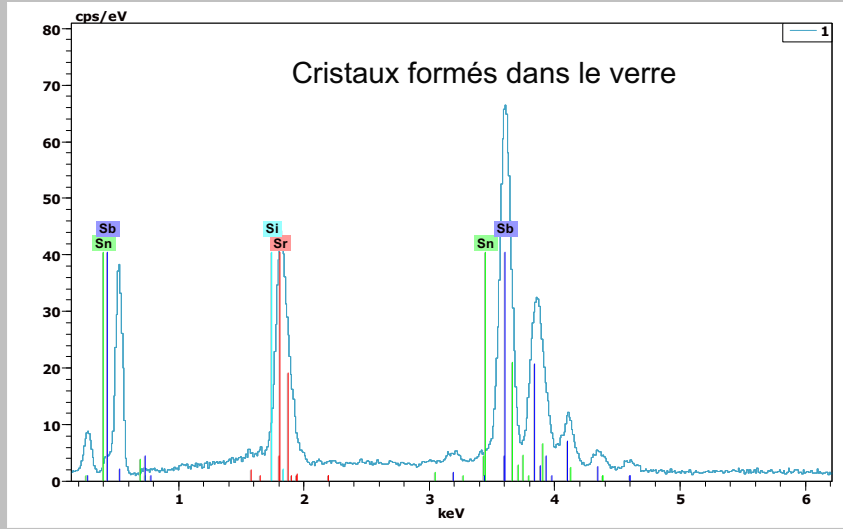
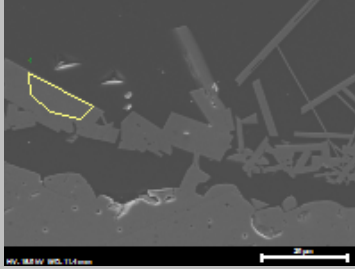


Logiciel ESPRIT - Hypermap

Cartographies de répartition élémentaire après déconvolution



Logiciel ESPRIT - Hypermap

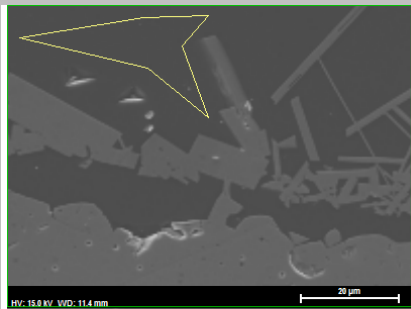


Spectrum: 1

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	41813	14.56	16.20	57.13 0.0
Sb	51	L-series	122754	55.31	61.51	28.51 0.0
Sr	38	L-series	62156	20.05	22.30	14.36 0.0
Total:			89.93	100.00	100.00	

Jeudi 02 avril 2009

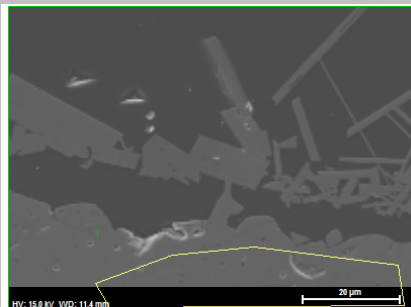
Logiciel ESPRIT - Hypermap



imageDate:4/1/2009 10:55:57
 AMRésolution de l'image:200 x
 150Grandissement:2000XHT:15.0kV:

Spectrum: 1

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	274165	40.06	39.64	60.09 0.0
Si	14	K-series	527554	26.35	26.08	22.52 0.0
Na	11	K-series	105800	7.44	7.36	7.76 0.0
Sr	38	L-series	149500	13.51	13.37	3.70 0.0
Zn	30	K-series	14262	8.68	8.59	3.19 0.0
Al	13	K-series	45364	2.37	2.35	2.11 0.0
Sn	50	L-series	17891	2.38	2.35	0.48 0.0
Ca	20	K-series	2916	0.25	0.24	0.15 0.0
Total:			101.04	100.00	100.00	

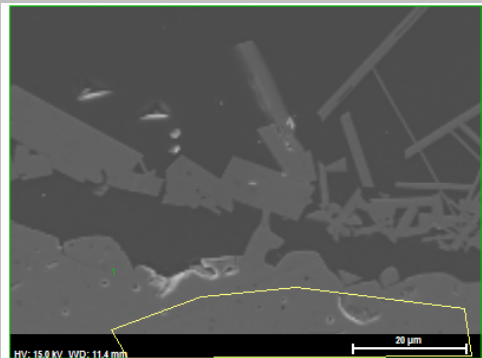


imageDate:4/1/2009 10:55:57
 AMRésolution de l'image:200 x
 150Grandissement:2000XHT:15.0kV:

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	176624	21.42	21.23	66.67 0.0
Sn	50	L-series	1663513	79.46	78.77	33.33 0.0
Total:			100.88	100.00	100.00	

Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT - Hypermap



imageDate:4/1/2009 10:55:57
 AMRésolution de l'image:200 x
 150Grandissement:2000XHT:15.0kV:

El	AN	Series	Net un.	C norm.	C Atom.	C Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
O	8	K-series	176624	21.42	66.67	0.0
Sn	50	L-series	1663513	79.46	33.33	0.0
Total:			100.88	100.00	100.00	

Jeudi 02 avril 2009

Logiciel ESPRIT – quelques commentaires

- Un système expert, non utilisable par un utilisateur lambda ...
- ... Présentant un large panel de possibilités et très modulable
- Confort de l'acquisition à très fort taux de comptage
- Analyse quantitative *a priori* fiable
- Acquisition de la fonction « MACROS »

Jeudi 02 avril 2009

Quelques commentaires?

