



GRUPEMENT NATIONAL DE
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE
ET DE MICROANALYSES



En convention de coopération avec la Société Française de Physique

ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

INSCRIPTION

Le GN-MEBA organise, en collaboration avec l'Institut Jean Lamour, le laboratoire GeoRessources et l'INRAE, une

Ecole d'Eté de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy



L'enseignement comprendra 4 demi-journées de cours et 5 demi-journées de sessions pratiques dont 2 seront au choix du stagiaire.

Les sessions pratiques sur instrument seront organisées par groupe de 5 à 6 stagiaires maximum et encadrées par un moniteur.

L'ensemble des cours sera assuré par des conférenciers de compétence reconnue provenant d'organismes de recherche publics et privés.



*Frais d'inscription pour le stage de formation : 1600 € TTC**

Etudiants en cours de thèse ou en master 2 : le GN-MEBA offrira un nombre limité de bourses couvrant partiellement les frais d'inscription (une lettre de motivation et une attestation d'inscription en thèse seront à fournir), n'hésitez pas à postuler rapidement.

** TVA non applicable selon l'article 261-7 1a du Code Général des Impôts.*

Les tarifs comprennent l'accès aux cours et aux TD, la fourniture de documents (dématérialisés ou non), ainsi que l'hébergement du dimanche 30 juin au vendredi 5 juillet (5 nuits), en résidence universitaire, 5 petits-déjeuners, 5 repas de midi et 2 repas du soir (dimanche et jeudi). Les frais d'hébergement peuvent être facturés indépendamment de l'inscription au stage. L'inscription peut se faire sans hébergement ni petit-déjeuner. Lors de votre arrivée à l'accueil, vous recevrez une carte de 10 voyages pour les transports en commun. Merci aussi de bien confirmer votre présence ou pas aux repas de midi et au repas de gala du jeudi soir.

Le GN-MEBA est enregistré au titre de la formation permanente.

Renseignements pour obtenir les informations actualisées concernant l'école d'été 2024 :

Mél : postmaster@gn-meba.org

Site web : <http://www.gn-meba.org>

Les 3 pages suivantes de la fiche d'inscription sont à renvoyer par mél à : postmaster@gn-meba.org

GRUPEMENT NATIONAL DE MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ET DE MICROANALYSES

GN-MEBA - SFP - 33 rue Croulebarbe - 75013 PARIS

Web : <http://www.gn-meba.org> SIRET 442 011 854 00027

Enregistré au titre de la formation permanente sous le numéro 11756824175, cet enregistrement ne vaut pas agrément de l'Etat



**ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses
du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy**

FICHE D'INSCRIPTION – page 1/3

A retourner, **remplie dans son intégralité**, par mél à : postmaster@gn-meba.org

Contact local : Christine GENDARME, Institut Jean Lamour - Campus ARTEM (CC3M), 2 allée André Guinier
BP 50840, 54011 NANCY Cedex

Mme M. Prénom et Nom : ...

Membre cotisant au GN-MEBA en 2024 : oui non

Niveau de formation : technicien technicien supérieur master/ingénieur autre

Société :

Adresse :

Téléphone : Mél :

Fonction : technicien ingénieur doctorant enseignant chercheur responsable d'équipe

Expérience : (compléter si besoin sur la 3^{ème} ligne)

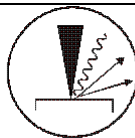
technique	nb année	technique	nb année	technique	nb année	technique	nb année	technique	nb année
<input type="checkbox"/> MEB		<input type="checkbox"/> W - LaB6		<input type="checkbox"/> FEG		<input type="checkbox"/> pression contrôlée		<input type="checkbox"/> EDS	
<input type="checkbox"/> microsonde		<input type="checkbox"/> WDS sur MEB		<input type="checkbox"/> EBSD		<input type="checkbox"/> FIB		<input type="checkbox"/> .	
<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .	

Domaine(s) d'activité : (compléter si besoin sur la 3^{ème} ligne)

domaine	nb année	domaine	nb année	domaine	nb année	domaine	nb année	domaine	nb année
<input type="checkbox"/> métaux		<input type="checkbox"/> semi-conducteurs		<input type="checkbox"/> minéraux		<input type="checkbox"/> céramiques		<input type="checkbox"/> verres	
<input type="checkbox"/> polymères		<input type="checkbox"/> agroalimentaire		<input type="checkbox"/> végétaux		<input type="checkbox"/> animaux		<input type="checkbox"/> cosmétiques	
<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .		<input type="checkbox"/> .	

Vos motivations pour participer à cette école d'été :

- m'initier ou compléter ma formation à la microscopie électronique à balayage
- m'initier ou compléter ma formation sur des techniques annexes
- m'informer sur les développements de ces techniques auprès d'utilisateurs et/ou des constructeurs
- rencontrer des personnes travaillant dans ce domaine, utilisateurs et/ou constructeurs.
- culture générale
- autres (précisez) :



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

FICHE D'INSCRIPTION – page 2/3

Tarifs : ils comprennent l'accès aux cours et aux TD, la fourniture de documents (dématérialisés ou non), ainsi que l'hébergement du dimanche 30 juin au vendredi 5 juillet (5 nuits), en résidence universitaire, 5 petits-déjeuners, 5 repas de midi et 2 repas du soir (dimanche et jeudi). Les frais d'hébergement peuvent être facturés indépendamment de l'inscription au stage. L'inscription peut se faire sans hébergement ni petit-déjeuner.

INSCRIPTION : merci de bien vouloir cocher, ci-dessous, toutes les cases nécessaires :

- stage de formation n° 1 : Les fondamentaux
 stage de formation n° 2 : Perfectionnement

<input type="checkbox"/> tarif avec hébergement	1600 €
<input type="checkbox"/> tarif sans hébergement ni petits déjeuners	1375 €
<input type="checkbox"/> tarif bourse avec hébergement (nombre limité : faire la demande avant le 31 mars 2024 avec un CV, une lettre de motivation et une attestation d'inscription en master 2 ou thèse)	800 €
<input type="checkbox"/> tarif bourse sans hébergement (nombre limité : faire la demande avant le 31 mars 2024 avec un CV, une lettre de motivation et une attestation d'inscription en master 2 ou thèse)	575 €
<input type="checkbox"/> cocher si présence au buffet du dimanche soir (n'ouvre pas droit à une réduction du tarif)	/
<input type="checkbox"/> cocher si présence aux repas de midi (n'ouvre pas droit à une réduction du tarif)	/
<input type="checkbox"/> cocher si présence au repas de gala (n'ouvre pas droit à une réduction du tarif)	/
<input type="checkbox"/> cocher si présence à la visite culturelle (n'ouvre pas droit à une réduction du tarif)	/
<input type="checkbox"/> cocher si nécessité absolue d'un repas spécial (préciser en 2 mots) : ...	/

Le GN-MEBA est exonéré de TVA pour cette opération, vous n'avez donc pas à verser une TVA.

Conditions générales :

- **Ne seront pris en compte que les bulletins d'inscription comprenant la feuille de classement des TD au choix accompagnés du règlement identifié correspondant, libellé à l'ordre du GN-MEBA ou d'un bon de commande signé.**

- Une convention de formation professionnelle pourra vous être envoyée sur demande.

- Le nombre de places étant limité, les inscriptions seront retenues dans leur ordre d'arrivée. Cependant, dans un souci d'équité, les organisateurs se réservent le droit de refuser une inscription en fonction de la participation du candidat aux écoles d'été précédentes, du nombre de personnes de la même entité inscrites à cette école d'été, etc.

- Sauf indication contraire de votre part, la facture sera émise en euros, et elle sera libellée et adressée à la Société mentionnée en page 1 de la fiche d'inscription.

- Pour l'étranger, seuls seront acceptés les paiements par transfert bancaire en euros et réalisés avant la tenue de l'école – tous frais à la charge du client.

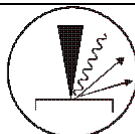
Nos références bancaires :

LA BANQUE POSTALE CENTRE DE PARIS 75900 PARIS CEDEX 15
 Titulaire du Compte : Association GN-MEBA
 ETABLISSEMENT : 20041 GUICHET : 00001
 N° COMPTE : 2389379G02 CLE RIB : 70
 IBAN : FR23 2004 1000 0123 8937 9G02 070
 BIC : PSSTFRPPPAR

Bon pour commande ferme

Signature et cachet de l'entreprise

Fait à ... , le ...



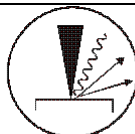
ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

FICHE D'INSCRIPTION – page 3/3

Classement par ordre de préférence des TD au choix

Vous aurez la possibilité de suivre 2 ou 3 TD au choix selon leur durée de 1h30 ou de 3h. Afin d'organiser ces sessions, nous vous demandons de **classer les TD par ordre de préférence** (de 1 à 10, au moins). Afin de vous aider dans vos choix, vous trouverez dans les pages qui suivent un descriptif succinct de ces TD. Le descriptif pourra être mis à jour sur le site du groupement à la page de l'école d'été. Nous ferons notre possible pour favoriser vos premiers choix en fonction des disponibilités et des inscriptions reçues. Ces TD au choix permettent également de découvrir de nouvelles techniques instrumentales d'analyse, profitez-en ! Les 6 premiers étant des TD du niveau 2, ils sont réservés comme TD au choix aux stagiaires du niveau 1.

N°	TD au choix (durée 1h30 sauf indication contraire)	Classement
1	MEB-FEG (réservé niveau 1)	
2	MEB en pression contrôlée (réservé niveau 1)	
3	EDS quantitative avec témoins (réservé niveau 1)	
4	WDS sur microsonde électronique (réservé niveau 1)	
5	EBSA (réservé niveau 1)	
6	MEB-FIB (réservé niveau 1)	
7	MEB à pression contrôlée et microanalyse X quantitative	
8	Cartographie spectrale	
9	Analyse d'échantillons stratifiés	
10	Analyse d'échantillons fragiles et isolants	
11	Essais in-situ	
12	Analyse avec un spectromètre à réseau	
13	Préparation mécanique d'échantillons	
14	Préparation ionique d'échantillons	
15	Métallisation des échantillons	
16	MEB de table	
17	MET : imagerie en STEM, optimiser la géométrie de la détection	
18	MET : cartographie de phase et d'orientation	
19	MET : introduction à la MET	
20	Couplage EDS et WDS dans un MEB, avantages, limitations et bonnes pratiques appliquées à la microanalyse quantitative	
21	Caractérisation minéralogique en μ XRF et MEB-EDS	
22	Exploitation de cartographies EDS en dehors des logiciels propriétaires	
23	Suivi de transformations de phases en température par microscopie confocale	
24	Applications en recherche biologique forestière de microscopies multi-échelles et multi-équipements corrélées (ce TD durera 3h ; cela vous permettra de suivre un autre TD au choix)	
25	Présentation des différents procédés de fabrication additive au sein de PEA	
26	Photolithographie sans masque, principe et réalisation	
27	Mesures magnétométriques : étude de la structure et des propriétés électroniques d'un film mince monocristallin de Fer	
28	Détermination du type de composés intermétalliques par spectroscopie photo-électronique à rayonnement X (XPS)	



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

RESUMES DES TD AU CHOIX

1- MEB-FEG (pour niveau 1)

Au cours de cette session, on présentera les avantages des microscopes électroniques à balayage équipés d'une source d'électrons à effet de champ. On mettra en évidence les particularités du MEB-FEG en observant un échantillon conducteur (métallique) et un échantillon isolant (oxyde ou polymère).

Ce TD vise donc à acquérir un savoir-faire au niveau du choix des paramètres opératoires d'un MEB-FEG, pour optimiser l'observation en imagerie électronique : diminution des effets de charge, topographie à basse tension, effet de la profondeur d'analyse, etc.

Les caractéristiques des canons, des colonnes et des détecteurs seront donc évoquées dans ce sens ainsi que les précautions à prendre lors de l'utilisation de ce type de microscope.

2- MEB en mode pression contrôlée (pour niveau 1)

Dans un microscope à pression contrôlée, il existe différents types de détecteurs dont

- le détecteur d'électrons rétrodiffusés dont le fonctionnement ne tient pas compte des interactions électrons-gaz
- les détecteurs que l'on peut qualifier de type pseudo-secondaire comme le détecteur à amplification gazeuse, développé et employé dans le microscope environnemental (ESEM), le détecteur à courant échantillon et le détecteur VPSE qui sont principalement utilisés dans les microscopes électroniques à balayage du type VPSEM (Variable Pressure SEM), CPSEM (Controlled Pressure SEM) et LVSEM (Low Vacuum SEM). Ces détecteurs, dans leur principe de fonctionnement dépendent de l'interaction gaz-électrons. L'opérateur dispose donc en plus des paramètres classiques (choix de la tension d'accélération, de la distance de travail, de la taille de sonde) d'un paramètre supplémentaire qui est la pression du gaz.

L'objectif de ce TD 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. Ainsi, seront traités l'ajustement de la pression de consigne pour l'élimination des phénomènes de charges, les différences entre l'imagerie avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés et l'imagerie avec le détecteur de pseudo-secondaires pour l'observation d'échantillons isolants et faiblement hydratés, l'influence de la nature du gaz.

3- EDS – quantification avec témoins (pour niveau 1)

La microanalyse X quantitative consiste à obtenir la composition d'un micro-volume de matériau à partir des intensités X caractéristiques (extraites des spectres acquis par spectrométrie WDS ou EDS) émises par ce micro-volume sous un bombardement électronique.

Ainsi, l'objectif de ces travaux dirigés est d'illustrer la pratique de l'analyse EDS quantitative avec témoins, tant sur le plan expérimental que sur celui de son principe et de son intérêt. L'analyse quantitative de deux échantillons de nature différente dans diverses conditions expérimentales sera mise en œuvre. L'ensemble du protocole expérimental à respecter et les notions essentielles à connaître seront alors décrits et commentés, ainsi que l'interprétation des résultats obtenus.

4- WDS sur microsonde électronique (pour niveau 1)

Les interactions électrons-matière intervenant dans un microscope électronique génèrent l'émission de rayons X caractéristiques faisant suite à des transitions électroniques au sein de l'atome émetteur. La microsonde électronique, ainsi que certains MEB, utilisent la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde ou WDS (Wavelength Dispersive Spectrometry) pour analyser ces rayonnements caractéristiques alors que la plupart des MEB et les MET, détectent ces rayonnements par spectrométrie des rayons X à sélection d'énergie à l'aide d'un détecteur EDS (Energy Dispersive Spectrometry).

Cependant, la microsonde électronique présente un certain nombre d'avantages tels que le courant de sonde élevé, régulé et mesuré, la limite de détection liée à la résolution spectrale et ses capacités en analyse quantitative, y compris celle des éléments très légers (B, C, N, O). Au cours de ce TD, après une présentation technique de la spectrométrie WDS et de la microsonde électronique, nous aborderons les aspects spécifiques des analyses qualitative et quantitative en WDS, que nous illustrerons par l'analyse d'un échantillon.



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

5- EBSD (pour niveau 1)

L'EBSD, technique en constante expansion depuis plus de 30 ans a atteint une certaine maturité depuis quelques années tout en continuant à évoluer (logiciel, équipement et développements associés : intégration multi-analyses, haute résolution, post-traitements).

L'objectif de ces travaux dirigés est de permettre au stagiaire de se rendre compte des bases de l'analyse EBSD sur un microscope électronique à balayage. La géométrie du système, les connaissances minimales à avoir pour l'acquisition d'un diagramme de Kikuchi (cliché de diffraction électronique) et la réalisation d'une cartographie d'orientation seront abordées d'un point de vue pratique.

Au cours de ce TD, après une description de l'ensemble des constituants du système, nous aborderons le choix des principaux paramètres d'acquisition liés au microscope, à la caméra, et aux détecteurs complémentaires. Nous décrirons les contrôles indispensables à effectuer avant toute analyse. Ensuite, nous réaliserons une ou plusieurs acquisitions caractéristiques de courtes durées. Enfin, nous détaillerons les différentes opérations à effectuer pour commencer à en extraire l'information utile en vue d'une analyse quantitative (cartographies, graphes, figures de pôles, étude des joints de grains, etc.).

6- FIB (pour niveau 1)

Commercialisés dans les années 1980 pour répondre aux besoins de l'industrie des semi-conducteurs (analyse de défauts et modification des circuits intégrés), les MEB-FIB sont aujourd'hui couramment utilisés sur un large spectre de matériaux et d'applications, en recherche et développement.

Cet équipement combine un faisceau d'électrons hautement résolu et un faisceau d'ions focalisé (FIB) à haute brillance. Le positionnement de l'échantillon au point de coïncidence des deux faisceaux permet le contrôle en temps réel de l'usinage par FIB grâce à l'imagerie électronique. La succession d'abrasions ioniques et d'acquisitions d'image (SE, BSE), de cartographies X ou EBSD permet la reconstruction 3D du volume de matière abrasé.

Le MEB-FIB, équipé d'un micromanipulateur et d'un système d'injection de gaz (Pt, W, C, ...), est une véritable plateforme expérimentale permettant de préparer localement des échantillons sous différentes formes (pointes, lames, piliers, ...) à une échelle sub-micrométrique.

Ce TD permettra aux stagiaires de découvrir les différentes potentialités de cet équipement.

7-MEB en mode pression contrôlée et analyse X quantitative

L'introduction du gaz dans un MEB à pression contrôlée affecte la résolution spatiale en microanalyse X en raison des signaux parasites provenant de zones autres que celle que l'on souhaite analyser. En effet, une interaction électrons-gaz se produit et se traduit principalement par trois effets qui sont :

- l'élargissement du faisceau appelé " beam skirt " qui induit une perte de résolution spatiale
- l'excitation du gaz qui génère l'émission d'électrons et de photons X
- l'effet d'absorption des photons émis lors de l'interaction électron-gaz présent dans la chambre

L'objectif de ce TD est de mettre en évidence les différents effets induits par l'introduction du gaz dans la chambre du microscope, en particulier sur la perte de résolution spatiale et la contribution atmosphérique.

Nous discuterons des différents effets et proposerons des solutions.

8- Cartographies spectrales

Ce TD a pour but de préciser la pratique et l'intérêt de l'acquisition des cartographies spectrales. Il est en effet désormais habituel dans un MEB équipé d'un système d'analyse chimique par spectrométrie EDS, de générer des images de répartition des éléments chimiques présents, à partir de l'enregistrement en chaque pixel-image du spectre EDS dans son intégralité. Ces données expérimentales sont communément appelées cartographie spectrale.

Durant ce TD, au travers de diverses acquisitions sur des échantillons spécifiques et également sur la base d'exemples présentés, des points particuliers seront mis en application et discutés avec les participants. D'une part, l'accent sera mis sur le choix et l'optimisation des paramètres d'acquisition des cartographies spectrales. D'autre



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

part, les différentes possibilités de post-traitement des données expérimentales et leur incidence sur les résultats de répartition spatiales des éléments seront présentées.

9- Analyses d'échantillons stratifiés

Ce TD a pour but de montrer les possibilités et les limites de l'outil d'analyse dédié à la détermination de la composition et de l'épaisseur massique des échantillons hétérogènes en profondeur tels que les couches minces et les multi-couches. Développée au début des années 1990, cette méthode d'analyse des échantillons stratifiés a été adaptée des modèles $\Phi(\rho.z)$ définis initialement pour les échantillons homogènes en composition.

Nous utiliserons dans ce TD le logiciel StratagemTM d'analyse d'échantillons stratifiés ; il s'appuie sur le modèle XPP de type $\phi(\rho.z)$ développé par J.-L. Pouchou et F. Pichoir (le modèle parabolique PAP est aussi disponible dans Stratagem).

Le principe consiste à mesurer, à différentes tensions d'accélération des électrons, l'intensité du signal caractéristique des éléments présents dans les différentes couches et le substrat. Les Kratio (I_x/I_{std}) ainsi obtenus sont ensuite introduits dans le logiciel StratagemTM afin de calculer la composition et l'épaisseur de(s) la couche(s).

Seront présentées dans ce TD les spécificités de l'analyse X des échantillons stratifiés (sensibilité à la surface, analyse de couches enterrées, analyse d'un même élément avec plusieurs raies caractéristiques).

10- Analyse d'échantillons fragiles et isolants

L'observation et la microanalyse X des matériaux fragiles et isolants dans un MEB présentent de nombreux aspects spécifiques, notamment : les effets de charge, la détérioration sous le faisceau et le manque de contraste. Ces effets sont liés aux propriétés de ces matériaux qui comprennent les polymères, les minéraux, les pigments, les matériaux d'origine végétale, le verre, les céramiques, etc.

Quelques échantillons représentatifs seront observés et commentés lors de cette séance de TD, afin d'attirer l'attention des stagiaires sur les particularités de ces matériaux, les possibilités et les limitations de l'observation et de la microanalyse X au MEB.

On montrera également, si possible, les avantages de l'observation dans un MEB-FEG ou dans un MEB à pression contrôlée.

11- Essais in-situ

L'objectif de cette séance de travaux pratiques sera de montrer à l'utilisateur l'intérêt du couplage MEB avec une platine de traction et/ou une platine chauffante. Pour ce TP découverte, nous utiliserons un équipement installé dans une enceinte sous vide pour parfaitement simuler un MEB. En fin de TP, nous évoquerons l'analyse des images à travers des exemples de mesures réalisés préalablement en laboratoire.

12- Spectromètre à réseau

La spectrométrie à dispersion de longueur d'onde est pratiquée sur les microsondes électroniques et parfois sur les MEB en utilisant des cristaux ou multicouches périodiques pour analyser le rayonnement X. Cependant, pour les grandes longueurs d'onde, supérieures à 2,5 nm, ou les énergies de photon inférieures à 500 eV, les cristaux ne peuvent pas être employés et les multicouches ne procurent pas une bonne résolution spectrale.

Un spectromètre à réseau permet de travailler dans le domaine des grandes longueurs d'onde avec une bonne résolution spectrale : pouvoir de résolution de l'ordre de 100. Le spectromètre fonctionne alors selon la loi des réseaux. Un avantage du montage mis en place dans le MEB ou la microsonde provient du pas variable du réseau déposé sur un substrat courbe couplé à une détection par une caméra CCD, qui permet d'obtenir les spectres sans balayage dans la gamme spectrale accessible au réseau.

Au cours de ce TD, nous présenterons les aspects techniques de cet appareillage et obtiendrons les spectres de quelques éléments légers et pourrons les comparer aux spectres obtenus avec les détecteurs usuels.



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

13- Préparation mécanique des échantillons

La préparation d'un échantillon est une étape cruciale pour une bonne observation et/ou une bonne analyse en microscopie optique ou électronique et il est important de ne pas la négliger. L'objectif de ce TD est de réaliser une préparation d'échantillon par des moyens mécaniques en vue des observations et des analyses associées au MEB. Pour cela, le TD s'articulera autour de 3 grandes étapes :

- le repérage et le prélèvement d'une zone d'intérêt de l'échantillon
- l'enrobage de l'échantillon dans une résine
- le polissage mécanique de l'échantillon enrobé

Ces différentes étapes s'accompagneront d'observations en microscopie optique pour contrôler la qualité de la préparation. Les bonnes pratiques de la préparation mécanique seront présentées dans ce TD.

14- Préparation ionique des échantillons

L'observation MEB ainsi que l'analyse X nécessitent parfois le recours à des techniques de préparation plus avancées permettant de s'affranchir de certains artefacts bien connus en préparation classique. Le polissage ionique peut s'avérer essentiel pour certains types d'échantillons ou pour atteindre une certaine qualité de polissage.

L'objectif de ce TD est de montrer les principes et la technologie mise en œuvre lors d'un polissage ionique, les avantages et les inconvénients, les limitations et les précautions d'usage.

Pour cela, le TD s'articulera autour de 3 grandes étapes :

- la découverte des principes physiques
- la découverte de l'instrument et mise en œuvre de polissages plans et transverses
- l'observation des résultats obtenus après polissage sur différents types de matériaux

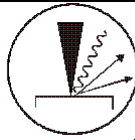
15- Métallisation

Dans ce TD seront tout d'abord rappelés les artefacts d'imagerie et d'analyse liés à l'observation d'échantillons non conducteurs dans un MEB. Il sera ensuite discuté de l'utilité de la métallisation. Les différentes techniques de métallisation d'échantillons seront présentées : dépôts de carbone par tresses ou crayons, évaporation sous vide par effet Joule ou par canon à électrons, pulvérisation cathodique (sputtering), pulvérisation magnétron, pulvérisation par canons à ions. Il sera aussi discuté du choix des matériaux déposables, de l'épaisseur à déposer et de la mesure de cette épaisseur de dépôt... Le TD se terminera par la réalisation de dépôts par différentes techniques.

16- MEB de table

Pour des analyses classiques et des observations qui ne nécessitent pas une haute résolution spatiale ou des grandissements élevés, les microscopes dits de « paillasse », « miniMEB » ou « MEB de table » sont apparus à partir du milieu des années 2000. Ils présentent un intérêt croissant en raison de leur facilité d'utilisation et de leur mise en œuvre rapide. De plus, ces microscopes offrent un encombrement minimal et ils ne nécessitent donc pas une salle dédiée. Aussi, la maintenance de ces équipements est réduite. Ces MEBs de table sont de plus en plus souvent équipés de système d'analyse EDS.

Pour faciliter les réglages, beaucoup d'entre eux fonctionnent pour des tensions prédéfinies : généralement une haute tension (typiquement 15 kV) pour l'observation et la microanalyse EDS (voire EBSD) et une basse tension (1 à 5 kV) pour l'observation d'objets plus fragiles. Certains de ces microscopes peuvent être utilisés en mode vide poussé (vide secondaire) et en vide « dégradé » (vide primaire). Ce dernier mode permet d'effectuer des observations sur des matériaux non conducteurs électriques et sans préparation. Le détecteur d'électrons couramment proposé est un détecteur d'électrons rétrodiffusés, mais certains MEB de table sont équipés des deux détecteurs SE et BSE. Cependant, le détecteur Everhart-Thornley (ETD) n'est pas fonctionnel en mode pression contrôlée. Il conviendra donc de vérifier que les détecteurs proposés qui équipent le MEB de table peuvent répondre aux besoins de caractérisations souhaitées. Ce TP abordera l'ensemble de ces considérations.



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

17- MET - imagerie en STEM : optimiser la géométrie de la détection

Objectif : En STEM, l'optimisation des conditions de collecte du signal électronique permet sur un même échantillon de distinguer les contrastes d'origine chimique et d'origine cristallographique (cristallinité, défauts). L'objectif du TD est de comprendre l'importance de la plage angulaire de détection sur le type d'imagerie (HAADF, ADF, (A)BF) que l'on peut réaliser et l'origine des contrastes que l'on peut obtenir en STEM (Z, Bragg, (A)BF). Nous verrons comment obtenir, avec le même détecteur annulaire, ces différents contrastes en modifiant la géométrie de la détection. Le TD sera réalisé sur un JEOL ARM à 80 kV sur un échantillon de silice contenant des nanoparticules de silicium. Il permettra entre autres de savoir si les nanoparticules de silicium sont cristallines ou amorphes, sans avoir recours à la diffraction, et de vérifier la qualité de la lame mince (implantation ou non de Ga, présence de Pt en surface). Le principe est applicable sur n'importe quel équipement STEM disponible sur un MEB ou un MET.

18- MET - cartographies de phases et d'orientation

La microscopie électronique en transmission permet d'obtenir des informations sur la morphologie, la chimie mais également la cristallographie de matériaux. Ce TD se propose de donner les clefs de la technique de cartographie de phases et d'orientation (comparable à la technique EBSD au MEB), permettant d'obtenir des informations jusqu'à l'échelle nanométrique.

Après une courte introduction théorique, des cartographies seront réalisées puis traitées. Différents exemples seront également développés afin de montrer les possibilités de la technique.

19- MET - introduction à la microscopie électronique en transmission

Ce cours d'introduction à la microscopie électronique en transmission a pour but de donner un aperçu des différentes techniques d'imagerie et d'analyse afin de déterminer la nanostructure et la composition chimique des nanomatériaux par microscopie électronique en transmission.

20- Couplage EDS/WDS en microscopie électronique : avantages, limitations et bonnes pratiques appliquées à la microanalyse X quantitative

Depuis plusieurs années, les détecteurs EDS de plus en plus performants se sont généralisés en microscopie électronique et permettent des acquisitions rapides et simples à mettre en œuvre. Cependant, certaines limitations techniques (résolution spectrale, limite de détection) imposent d'utiliser des spectromètres WDS dans de nombreuses applications. Si la microsonde électronique reste l'outil de référence pour les analyses quantitatives dans de nombreux domaines d'étude, il est également possible d'utiliser un couplage EDS/WDS, directement sur un MEB. L'objectif de ce TD sera ainsi d'en démontrer les avantages et les limitations par rapport à un détecteur EDS seul ou à une microsonde.

21- Caractérisation minéralogique d'échantillons en μ XRF et MEB-EDS : optimisation des conditions d'analyse et des paramètres d'identification de phases

La microfluorescence X (μ XRF) et l'EDS au MEB sont des techniques analytiques de plus en plus simples d'utilisation et qui permettent une caractérisation rapide d'échantillons variés. Cependant, elles génèrent des données de composition élémentaire et il n'est pas toujours facile d'en extraire des informations de phases. Ce point a été abordé dès les années 70, pour automatiser le comptage de points traditionnellement effectué au microscope optique pour obtenir les proportions minérales d'un échantillon. Cela a abouti dans les années 90 au logiciel QEMSCAN (Quantitative Evaluation of Minerals by SCANNing electron microscope) développé par FEI puis à d'autres logiciels concurrents pendant la décennie suivante. Dans ce TD, nous aborderons ainsi l'identification minéralogique et la quantification de phases avec le logiciel AMICS (Advanced Mineral Identification and Characterisation System) déployé en μ XRF et en EDS au MEB.

22- Exploitation des données de cartographie EDS en dehors des logiciels propriétaires

Les données de cartographie EDS sont habituellement exploitées pendant ou juste après l'acquisition et sur le logiciel propriétaire du fabricant des détecteurs. Ce deuxième point peut devenir bloquant quand les données doivent



ECOLE D'ETE de Microscopie Electronique à Balayage et de Microanalyses du 30 juin au 5 juillet 2024 à Nancy

être récupérées par l'équipe ayant demandé les caractérisations, le logiciel propriétaire n'étant pas toujours accessible à distance. Il reste toutefois possible d'effectuer un traitement poussé de ces données expérimentales même en dehors de l'environnement logiciel du fabricant, afin d'extraire des informations de chimie élémentaire. Ce TD sera réalisé sur ordinateur en traitant un exemple de résultats EDS avec un logiciel libre et gratuit.

23- Suivi de transformations de phases en température par microscopie confocale

Le microscope confocal équipé d'une platine chauffante est un outil de caractérisation des microstructures de plus en plus utilisé dans les travaux de recherche sur l'évolution des microstructures associées aux changements de phases à l'état solide d'alliages métalliques. En permettant l'observation in situ de l'évolution des microstructures sous sollicitations thermiques, cette technique apporte des informations sur les transformations de phases à haute température, sur la mobilité des interfaces, sur les cinétiques de croissance et de dissolution de phases.

24- Applications en recherche biologique forestière de microscopies multi-échelles et multi-équipements corrélés

Le TD propose un itinéraire technique et technologique à partir d'un échantillon de bois traité (inoculé) avec champignons et /ou bactéries. Cette expérimentation correspondant à nos études sur l'action de certains micro-organismes sur le bois traité par du cuivre (bois de terrasse) dans le but de décontaminer le matériau bois. Après l'observation et la localisation par fluorescence des micro-organismes à l'aide d'un microscope confocal laser, le développement et l'application de techniques corrélatives permettra la relocalisation et l'observation des sites d'intérêt sous le faisceau du MEB et la microanalyse X EDS de certaines structures.

25- Présentation des différents procédés de fabrication additive au sein de PEA (Plateforme d'Elaboration Additive)

Une présentation de la Plateforme d'Elaboration Additive sera organisée afin de mettre en lumière les différentes technologies additives mises en œuvre, en lien avec les travaux de recherche de l'équipe MPA (Matériaux Procédés Additifs). Quelques démonstrateurs et preuves de concept 3D et 4D seront présentés au cours de cette visite.

26- Photolithographie sans masque : principe et réalisation

La photolithographie est la technique principalement utilisée dans la fabrication des microcomposants que nous utilisons tous (ordinateurs, téléphones, voitures ...). Le but de ce TD est de mettre en œuvre la technique pour structurer une couche métallique sur un substrat de silicium et donc de faire découvrir comment sont fabriquées les puces électroniques devenues indispensables à notre quotidien.

27- Mesures magnétométriques : étude de la structure et des propriétés électroniques d'un film mince monocristallin de Fer

Le TD propose d'utiliser deux appareils magnétomètres (SQUID et VSM) pour mesurer l'aimantation du film mince monocristallin MgO / Fe (ép. 25 nm) / Pt (ép. 5 nm) en fonction du champ magnétique, de la direction du champ magnétique et de la température. En analysant le résultat des mesures expérimentales, nous caractériserons les propriétés d'anisotropie et leurs origines cristallines, ainsi que les différents termes énergétiques en compétition, menant au cycle d'hystérésis magnétique. Ces informations nous seront nécessaires pour comprendre l'utilisation finale de cette couche de Fer nanométrique au sein d'un capteur magnétique à magnétorésistance tunnel (TMR).

28- Détermination du type de composé intermétallique par spectroscopie photoélectronique à rayonnement X (XPS)

L'objectif de ce TD sera de préparer, dans les conditions d'ultravide, la surface d'un alliage métallique et de déterminer la composition chimique de la surface à l'aide d'une analyse XPS. Suite à cette détermination et à l'aide du diagramme de phases adéquat, le type de cristal analysé sera alors déterminé. Les aspects liés à d'éventuels effets de surface intrinsèques à l'échantillon ou à la préparation seront également mentionnés.

Ecole d'été 30 juin au 5 juillet 2024 - Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et Microanalyses

Horaire	DIMANCHE	LUNDI	MARDI	MERCREDI	JEUDI	VENDREDI
08h30 – 09h10		(8H00 accueil) Discours d'accueil, Informations générales	La formation et l'optimisation de l'acquisition des images	Analyse EBSD	Imagerie et microanalyse à basse tension	Contrôle des connaissances par quizz
09h15 – 09h55		Les canons à électrons des MEB W et FEG	L'émission X	MEB à pression contrôlée	Analyse d'échantillons stratifiés	TD au choix pour tous
10h00 – 10h40		Les colonnes électroniques des MEB	Technologie EDS et traitement des spectres	Microscopie double colonne MEB-FIB	Préparation des échantillons/métallisation	
10h40 – 11h10		Pause	Pause	Pause	Pause	Pause
11h15 – 11h55		Interactions électron- matière et émission électronique	Technologie WDS, différence avec EDS et traitement des spectres	Cartographies spectrales	Echantillons biologiques, quelques spécificités	TD au choix pour tous
12h00 – 12h40		Les différents types de détecteurs d'électrons	L'analyse X quantitative	Notions de traitement statistique	Contrôle et maintenance du MEB et de l'EDS	
12h45 – 14h15		Repas	Repas	Repas	Repas	Repas
14h15 – 15h45		Accueil	TD-Niv1a MEB instruments et calibration TD-Niv2	TD-Niv1a MEB acquisition d'images TD-Niv2	TD-Niv1a MEB acquisition EDS TD-Niv2	TD au choix pour tous
15h45 – 16h30	Pause		Pause	Pause	Clôture de l'école	
16h30 – 18h00	TD-Niv1b MEB instrument et détecteurs TD-Niv2		TD-Niv1b MEB acquisition d'images TD-Niv2	TD-Niv1b MEB acquisition EDS TD-Niv2	Sortie culturelle	
18h00 – 19h00	Démonstrations constructeurs sur les instruments		Démonstrations constructeurs sur les instruments	Démonstrations constructeurs sur les instruments		
19h00 – 21h00	Accueil Buffet d'accueil	Soirée libre	Soirée libre	Soirée libre	Banquet	

TD Niv.2 : MEB-FEG, MEB-PC, EDS quantification avec témoins, WDS, EBSD, FIB (6 TD en alternance).

TD au choix : 2 ou 3 (selon la longueur) à choisir parmi une liste.