

Informations complémentaires concernant les microscopes électroniques

Rappel des équipements :

A - Microscope électronique en transmission 200kV Jeol 2000EX avec caméra numérique Gatan Erlangshen ES500W

B - Microscope électronique à balayage numérisé Cambridge 260 + accessoires

C - Microscope électronique à balayage FEG et à pression contrôlée + accessoires

D – Accessoires : - Platines chauffante, refroidie, de flexion

- Cathodoluminescence

- Analyses EDS et EBSD

Localisation :

Les microscopes sont installés au sein de l'ICMMO.

Utilisateurs :

Les Personnels des équipes de recherche de l'Institut.

Les microscopes et les accessoires ne fonctionnent pas en libre service. Une formation sur les appareils peut être donnée par le responsable du service aux personnes intéressées, sous certaines conditions et d'un commun accord. Seules ces personnes sont ensuite habilitées à poser des réservations de séance en accord avec le responsable.

Les microscopes peuvent également être accessibles aux chercheurs extérieurs des universités et de l'Industrie pour des études ou projets de recherche selon des conditions à définir ou bien pour des prestations de services.

Petits rappels concernant la microscopie électronique et les microanalyses associées



Tout ce que vous avez toujours voulu savoir sur ce sujet et que vous n'avez jamais osé demander ... se trouve dans l'ouvrage :

"Microscopie électronique à balayage et Microanalyses", ISBN : 978-2-7598-0082-7.

Publication du GN-MEBA chez EDPsciences, ouvrage collectif

Ed. : François Brisset en collaboration avec Monique Repoux, Florence Robaux, F. Grillon et Jacky Ruste.

Quelques extraits choisis ci-dessous :

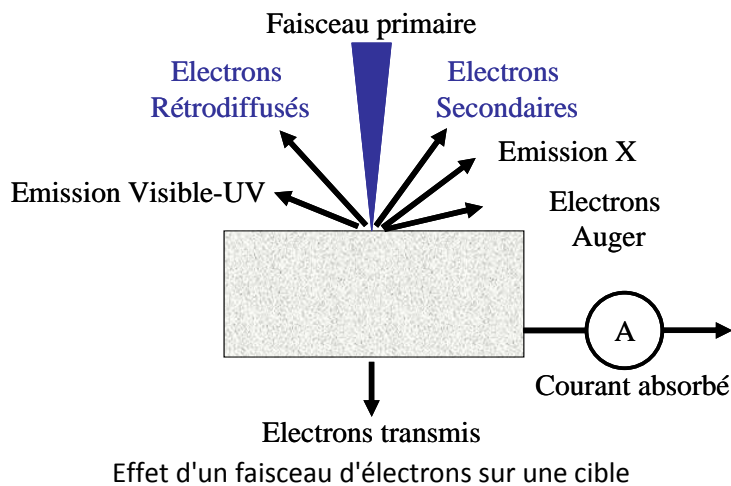
- Interactions électrons-matière (P. Jonnard)
- Les détecteurs (F. Grillon)
- L'analyse EDS (J. Ruste, F. Brisset)
- L'analyse EBSD (T. Baudin, F. Brisset)

1- Les interactions électrons matières

Dans un microscope électronique ou une microsonde électronique, un faisceau incident d'électrons, appelés aussi électrons primaires, interagit avec l'échantillon. Il en résulte des modifications internes de la cible (agitation thermique, absorption d'électrons, création de paires électron - trou, ...) et diverses émissions d'électrons (secondaires, rétrodiffusés, transmis et Auger) et de photons sur un spectre large de longueur d'onde (rayons X, ultra-violet, visible, infra-rouge, ...). Ces particules sont utilisées en imagerie ou en spectroscopie et apportent des informations sur l'échantillon : sa morphologie, sa topographie, la nature et le nombre des éléments le composant, sa structure cristalline, sa structure électronique, ... Chaque particule donne lieu à un signal, analysé par un détecteur particulier et renseigne sur une des propriétés de l'échantillon, aussi appelé cible.

Comprendre les signaux exploités permet, à partir de la mesure de ces signaux par les détecteurs situés loin de l'échantillon, de remonter à la connaissance de la distribution du signal à l'intérieur de l'échantillon. Cela permet la détermination de la structure de la cible. Les interactions électron – matière donnant lieu à l'émission de ces signaux sont de deux types :

- les interactions élastiques qui dévient les électrons de leur trajectoire sans leur faire perdre d'énergie.
- les interactions inélastiques, entraînant un transfert d'énergie des électrons incidents à la cible conduisant à l'émission de particules secondaires.

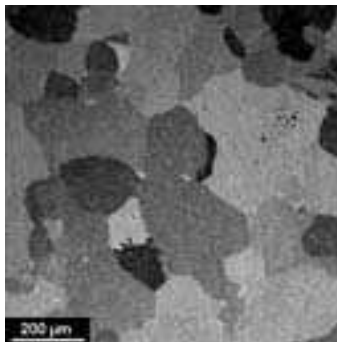


2- Les détecteurs

Les détecteurs à électrons secondaires. Historiquement la détection des électrons secondaires se réalise par un détecteur de type Everhart-Thorney situé sur le côté de la colonne électronique. Il est formé d'une grille, d'un scintillateur, d'un guide de lumière et d'un photomultiplicateur d'électrons. La grille polarisée généralement entre +300 et - 300 V provoque un champ électrique qui va plus ou moins attirer les électrons et le rendement de détection, selon le champ appliqué. Le rôle du scintillateur est d'assurer la conversion des électrons en photons. Ceux-ci vont traverser le guide de lumière avant d'être reconvertis par la photocathode en électrons et être amplifiés par les dynodes du multiplicateur. L'image obtenue est de nature topographique compte tenu de la position latérale du détecteur. La plupart des détecteurs d'électrons secondaires peuvent également servir à détecter les électrons rétrodiffusés. Ceci est obtenu en polarisant négativement la grille. Cette polarisation est suffisante pour empêcher les électrons secondaires d'entrer dans le détecteur, mais ne crée pas un champ suffisant pour écarter les électrons rétrodiffusés qui sont issus des interactions élastiques du faisceau avec l'échantillon. Cependant, en raison de l'angle solide, le rapport signal sur bruit est plutôt faible. Le microscope de l'Institut dispose en plus d'un détecteur d'électrons secondaires situé au dessus de la lentille objectif. Ce

détecteur est directement placé dans l'axe du faisceau. Il permet d'obtenir des images avec une résolution supérieure mais ne donne, compte tenu de sa position pas d'information topographique. Il est très efficace à très faible distance de travail et pour les électrons de faible énergie, il est sensible aux effets de charges qui pourraient se produire.

Le détecteur à électrons rétrodiffusés quant à lui est situé dans l'axe, sous la lentille objectif. Il va permettre d'obtenir des images en contraste de numéro atomique ou cristallographique, principalement. Cependant, il est de petite taille afin d'être compatible avec le détecteur EDS et va nécessiter une distance de travail assez faible ou/et un courant suffisamment élevé afin d'obtenir un bon rapport signal/bruit et une tension minimale. Sa technologie nécessite également un balayage lent. Il peut éventuellement être utilisé lorsque le microscope est en mode pression contrôlée. Ce détecteur dit à semi-conducteur est muni d'un trou central pour permettre le passage du faisceau. Le diamètre de ce trou doit être suffisant pour ne pas perturber les observations effectuées à faible grandissement, lorsque les amplitudes de balayage sont importantes et doit être le plus faible possible pour collecter l'émission la plus intense. Pour permettre d'accéder au contraste topographique, en plus du contraste chimique, il est séparé en quatre parties. Le principe de fonctionnement de ce détecteur à semi-conducteur est simple : sous l'effet du bombardement des électrons rétrodiffusés, des paires électrons-trous se créent dans la partie intrinsèque. Le nombre de paires électrons-trous créées dépend de l'énergie incidente de l'électron et de la nature du matériau semi-conducteur (3,6 eV sont nécessaires pour créer une paire dans du silicium). La polarisation du détecteur permet de collecter un signal électrique dont l'intensité traduit simultanément le nombre et l'énergie des électrons incidents. Or l'énergie la plus probable pour un électron rétrodiffusé est d'autant plus proche de l'énergie du faisceau incident que l'on est en présence d'une cible de numéro atomique élevée, ce qui correspond également à la probabilité d'émission rétrodiffusée la plus grande.

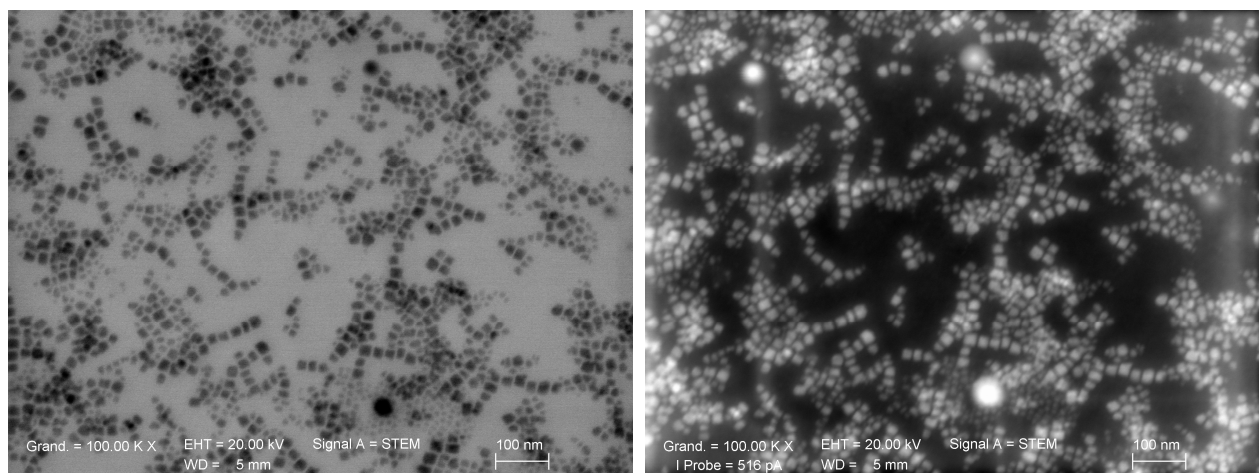


Contraste cristallin dû aux électrons rétrodiffusés

Le détecteur à électrons à pression contrôlée. Il permet d'imager les échantillons isolants ne nécessitant pas un fort grandissement et ne supportant pas un vide poussé. Il travaille dans une gamme de pression comprise entre 1 et 133 Pa. En ce qui concerne notre détecteur, celui-ci collecte la lumière émise par l'ionisation en utilisant un guide de lumière. L'image ainsi obtenue traduit bien la topographie de surface. Il est aussi possible de collecter le signal en électrons secondaires en approchant une aiguille polarisée à proximité immédiate de l'échantillon. Dans ces conditions l'image obtenue a une bonne résolution mais un mauvais rapport signal sur bruit nécessitant d'utiliser un balayage très lent. Il est à noter que le contraste obtenu peut dépendre de nombreux paramètres parmi lesquels nous pouvons citer la valeur de la pression résiduelle, la nature du gaz, la valeur de la tension d'ionisation, la distance de travail, la vitesse de balayage, etc. Le résultat est que le contraste obtenu est parfois difficile à interpréter.

Le détecteur à électrons transmis ou STEM. Il peut-être utilisé lorsque l'échantillon est formé d'une lame mince, telle que celles qui sont observées en microscopie électronique en transmission. Il est alors possible de former des images des électrons transmis en plaçant un détecteur à semi-conducteur immédiatement sous la lame mince. En utilisant un détecteur particulier on peut obtenir des images en fond clair avec le signal direct et en

fond sombre avec le faisceau diffusé. Ce signal permet d'obtenir des résolutions assez remarquables qui ne sont limitées que par la dimension du faisceau d'électrons.

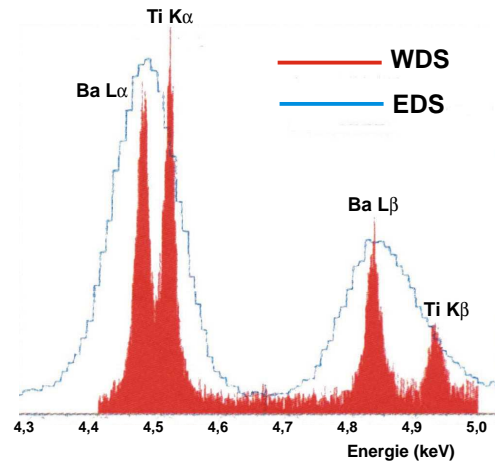


Images STEM champ clair et champ sombre CsMoCu

Les détecteurs à électrons diffractés ou EBSD. Ils permettent d'acquérir à la fois des clichés et des cartographies d'orientation et seront détaillés dans la partie 4 ci-dessous.

3- L'analyse EDS et la microanalyse X

La microanalyse X par sonde électronique est née dans les années 40 à partir des travaux d'Hillier aux USA, de Borovsky en URSS, de Cosslett en Grande Bretagne et surtout de *Raimond Castaing* en France. La première microsonde, construite à l'ONERA pendant sa thèse effectuée sous la direction d'André Guinier, inspirera le prototype réalisé par CAMECA en 1955. Cet instrument était équipé pour la détection des rayons X par des spectromètres à dispersion de longueur d'onde (WDS, *wavelength dispersive spectrometer*) ; la détection du rayonnement se faisant suite à la diffraction des rayons X par un cristal monochromateur. Vers la fin des années 60, un autre type de spectromètre est apparu aux USA : le détecteur solide utilisant une diode semi-conductrice en silicium dopé au lithium Si(Li) : le spectromètre à sélection d'énergie ou EDS (*Energy dispersive spectrometer*). Bien qu'à l'origine nettement moins performant que le WDS en terme de résolution, l'EDS s'est rapidement imposé en raison de sa souplesse, de sa « simplicité » d'utilisation et de ses propres caractéristiques, telle que l'acquisition en parallèle de signaux X provenant d'une large gamme d'énergie. Récemment, de nouveaux détecteurs solides ont fait leur apparition : en priorité les détecteurs de type « SDD » (Silicon Drift Detector) qui sont à l'heure actuelle pratiquement les seuls à être installés sur les MEBs. Même si les géométries intrinsèques des détecteurs Si(Li) ou SDD sont très différentes, le principe de fonctionnement du SDD est identique à celui d'une diode Si(Li) classique. Le photon X provoque par ionisation, dans la zone sensible du détecteur, l'émission d'un photo-électron qui sur son trajet va perdre progressivement de son énergie par une série de chocs inélastiques, engendrant une série de paires trou-électron. La charge électrique libérée est proportionnelle à l'énergie du photon incident. Dans la plupart des cas, l'analyse permet d'identifier les éléments présents dans le matériau cible sur une échelle énergétique et cela du bore aux éléments les plus lourds. A la fois des spectres ou des cartographies chimiques peuvent être acquises.

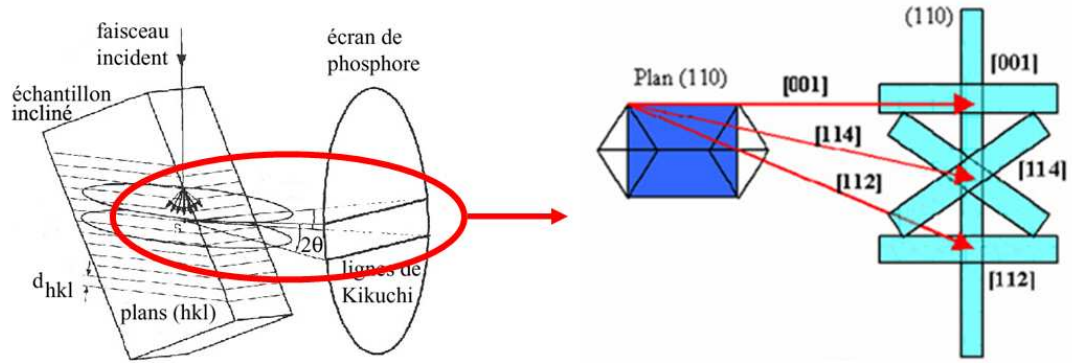


Comparaison d'un spectre WDS et d'une partie d'un spectre EDS

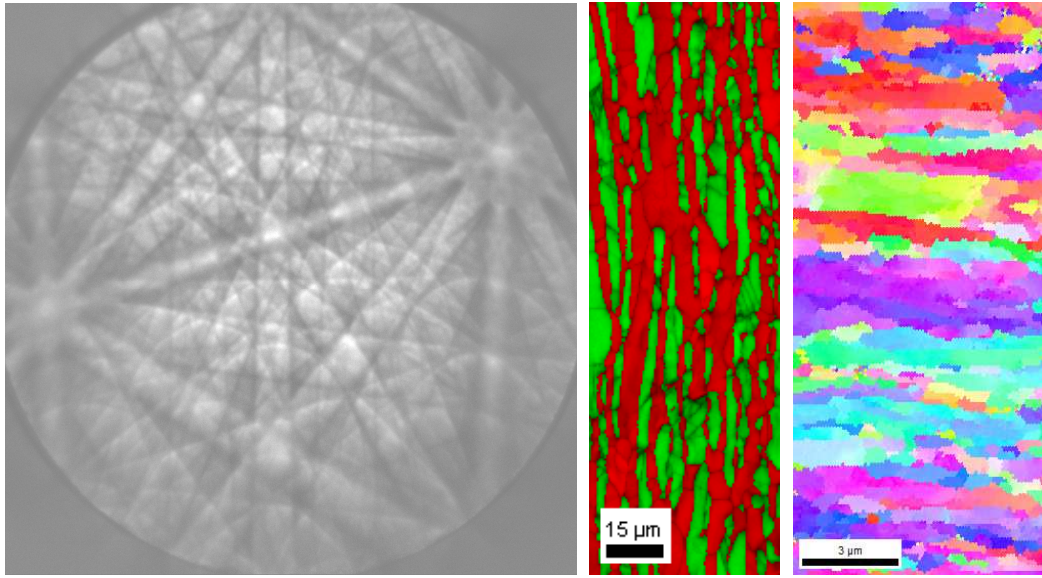
4- L'analyse EBSD

La microstructure, au sens large du terme, intègre à la fois la texture morphologique (forme, taille des grains) et la texture cristallographique (distribution des orientations cristallographiques). L'association de ces deux paramètres génère alors des propriétés particulières. De nombreux matériaux métalliques, géologiques, ... se présentent sous la forme de polycristaux dans lesquels chaque grain possède une orientation cristallographique particulière. La maîtrise de cette orientation ou plus exactement de la distribution de ces orientations contribue à une meilleure compréhension et à l'amélioration des propriétés mécaniques, magnétiques, électriques, ... de ces matériaux. La diffraction des rayons X ou des neutrons permet d'accéder à une mesure globale de la distribution des orientations dans le polycristal mais ne permet pas de corréliser cette texture cristallographique à la microstructure. On voit alors bien l'intérêt de mettre en œuvre des techniques expérimentales capables de caractériser localement et simultanément ces différents paramètres. C'est le cas de la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction). En effet, elle permet donc de déterminer les orientations cristallographiques sur des matériaux mono ou polycristallins, mono ou souvent polyphasés. Elle peut être mise en œuvre en équipant un microscope électronique à balayage, d'un détecteur spécifique EBSD. On utilise alors la diffraction des électrons rétrodiffusés élastiquement pour obtenir sur un écran de phosphore un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes de Kikuchi qui sont caractéristiques de l'orientation du grain analysé. C'est ainsi que le balayage de la sonde électronique incidente permet d'obtenir des cartographies de différentes orientations des grains présents dans l'échantillon. C'est en 1967 que les premiers clichés de diffraction électronique, par électrons rétrodiffusés, ont été mis en évidence dans un MEB par Coates. Ensuite, diverses techniques de diffraction électroniques ont vu le jour telles que le SACP et la diffraction de Kossel. Cependant, suite à ces travaux, D. Dingley publia un article de comparaison en 1981 dont la conclusion envisageait pour l'EBSD une croissance beaucoup plus intéressante. C'est à ce jour ce qui est arrivé et cette technique a connue un développement phénoménal. Elle a été implantée à l'Institut dès 1989, c'est-à-dire parmi les toutes premières installations au monde et n'a cessé d'évoluer depuis pour passer de l'indexation manuelle à l'indexation automatique et à la réalisation des cartographies d'orientation à grande vitesse.

Sous l'effet des interactions élastiques et inélastiques avec les atomes de la cible placée à 70° par rapport à l'horizontale, les électrons incidents sont diffusés et ralentis dans celle-ci et une fraction des électrons incidents est rétrodiffusée hors de la cible. Cependant, avant de ressortir de l'échantillon, une proportion minoritaire de ces électrons rétrodiffusés peut avoir subi la diffraction de Bragg sur certaines familles de plans cristallins, ce qui donne lieu aux diagrammes de Kikuchi. Cette diffraction s'effectue suivant deux cônes fortement ouverts et leur intersection avec l'écran placé face à l'échantillon donne lieu à deux lignes qui apparaissent presque droites et qui délimitent une bande. Les bandes observées sont donc simplement la trace sur l'écran des cônes formés par les rayons diffractés. Ces bandes seront capturées par une caméra avant d'être analysées.



Principe de la formation des diagrammes de Kikuchi et correspondance entre le cristal et les bandes de Kikuchi



Exemples de cliché de diffraction et de cartographies d'orientation