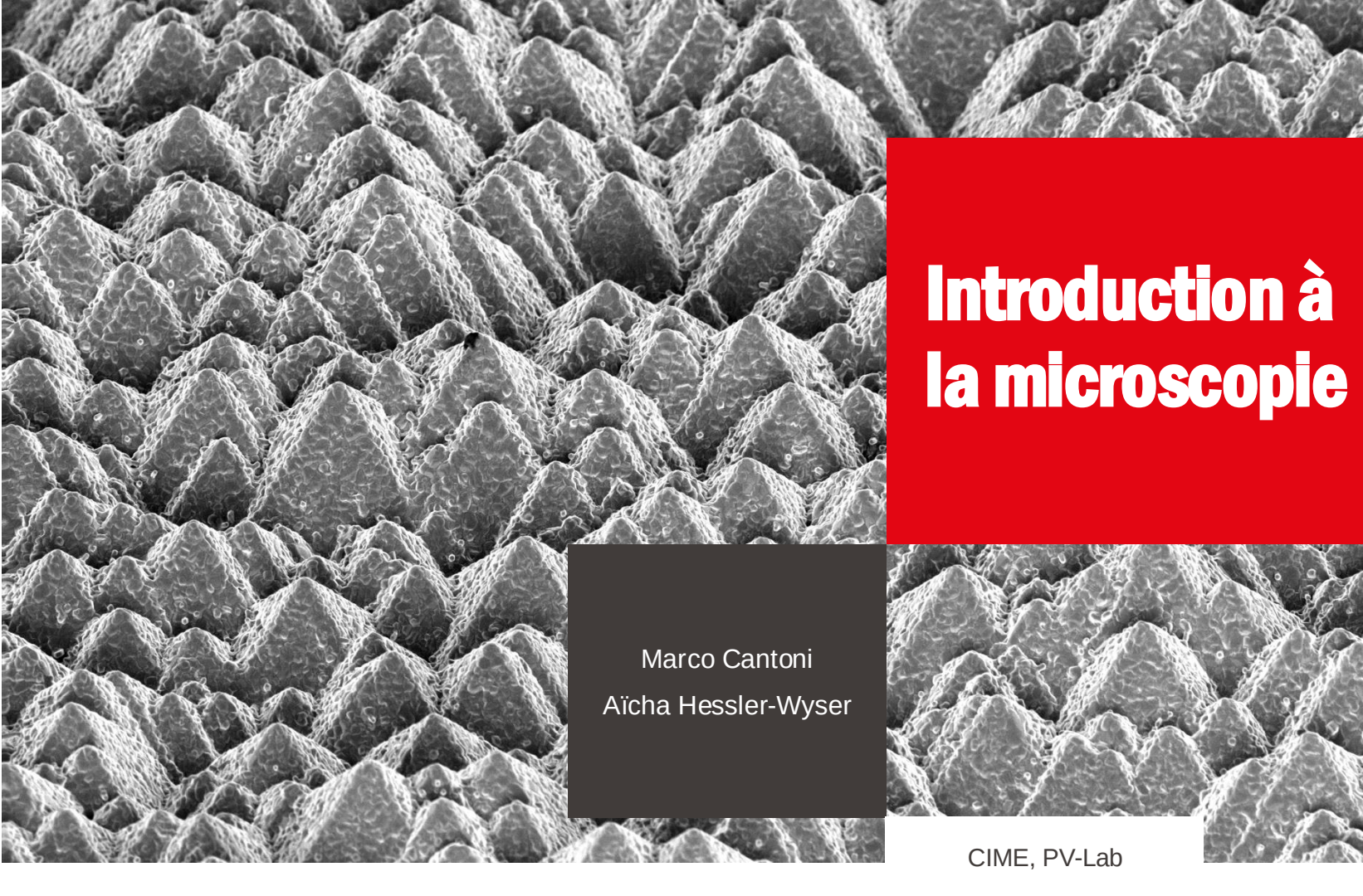


The background of the slide is a high-magnification scanning electron micrograph (SEM) showing a dense, repeating pattern of small, rounded, and textured protrusions, resembling a micro-structured surface.

Introduction à la microscopie

Marco Cantoni
Aïcha Hessler-Wyser

CIME, PV-Lab

Enseignants

Marco Cantoni	34816
Aïcha Hessler-Wyser	34830

Assistants

Lucie Navratilova, SEM:	35427
Barbora Bartova, SEM:	34827
Julien Hurni, SEM:	37903
Hilal Can, SEM:	37633
Rita Therisod, TEM:	34484
David Reyes, TEM:	36188
Mostafa Othman, SEM:	54315

Au programme

3h de cours le jeudi de 10h15 à 13h00

2h de travaux pratiques le vendredi matin (MX)

En pratique

Jeudi: cours en classe

Vendredi: travaux pratiques de 4h

Selon le programme: soit 2x TP (SEM), soit 2 démos en ligne et 4h de TP (TEM),
répartition en 6 groupes, 2 groupes par semaine.

Groupes de TP et résumés

- Délégué MX:
 - Organiser max 6 groupes de X personnes pour les travaux pratiques
 - Organiser groupes de deux pour faire un résumé chaque semaine
 - Préparer le planning de passage aux examens oraux

Planning actuel

date	cours 1	cours 2	cours 3	TP	responsable
12.09.24	1. Intro	2. Interaction	2. Interaction		AHW
13.09.24					
19.09.24	3. composants	3. optique	3. detecteurs		AHW
20.09.24					
26.09.24	4. SEM	4. SEM	4. SEM		AHW
27.09.24				g1	g2
03.10.24	5. SEM avancé	6. FIB	6. FIB		MC
04.10.24				g3	g4
10.10.24	7. EDX	7. EDX	8. ESEM		AHW
11.10.24				g5	g6
17.10.24	9. Diffraction	9. Diffraction	9. Diffraction		MC
18.10.24				g2	g1
24.10.24	Vacances				
25.10.24	Vacances				
31.10.24	10. Traitement d'images	10. Traitement d'images	10. Traitement d'images		MC
01.11.24				g4	g3
07.11.24	11. Préparation d'échantillons	11. Préparation d'échantillons	test SEM/questions		Streaming/AHW
08.11.24				g6	g5
14.11.24	12. TEM	12. TEM	12. TEM		AHW
15.11.24			10h-12h	zoom	zoom
21.11.24	13. STEM/EDX	13. STEM/EDX			AHW
22.11.24				g1	g2
28.11.24	14. Traitement d'images 2	14. Traitement d'images 2	14. Traitement d'images 2		MC
29.11.24				g3	g4
05.12.24	15. HRTEM	15. HRTEM	16. EBSD		MC
06.12.24				g5	g6
12.12.24	17. Traitement d'images TP	17. Traitement d'images TP	17. Traitement d'images TP		MC
13.12.24			10h-12h	zoom STEM/EDS	zoom STEM/EDS
19.12.24	18. Microscopie <i>in situ</i>	19. Tomo	test TEM/questions		AHW/MC
20.12.24				Réserve	

Notes de cours

- Copie des fichiers ppt disponibles sur Moodle (le mercredi soir)
et
- Résumés faits par vos soins, à envoyer au plus tard deux semaines après le cours pour qu'ils soient validés par les enseignants

Notices de TP

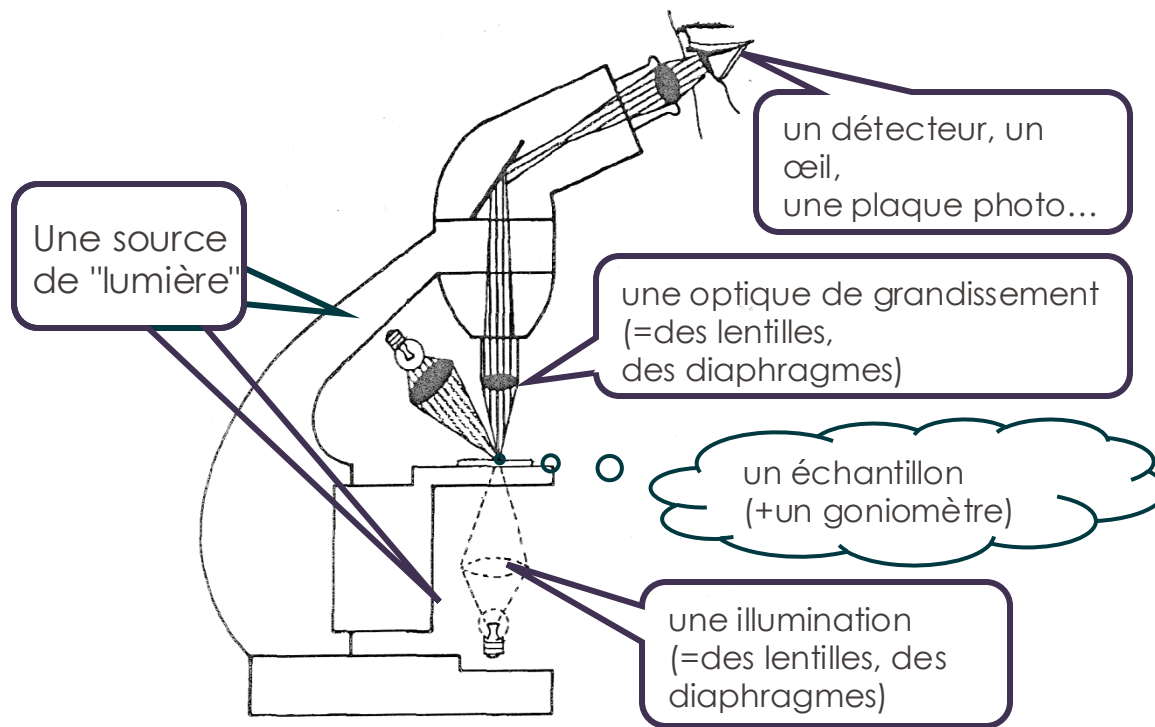
- A télécharger sur Moodle avant les séances
- Rapports de TP à envoyer par e-mail une semaine après le TP, directement aux assistants mais **avec copie aux enseignants**

En cas de problèmes...

marco.cantoni@epfl.ch, aicha.hessler@epfl.ch

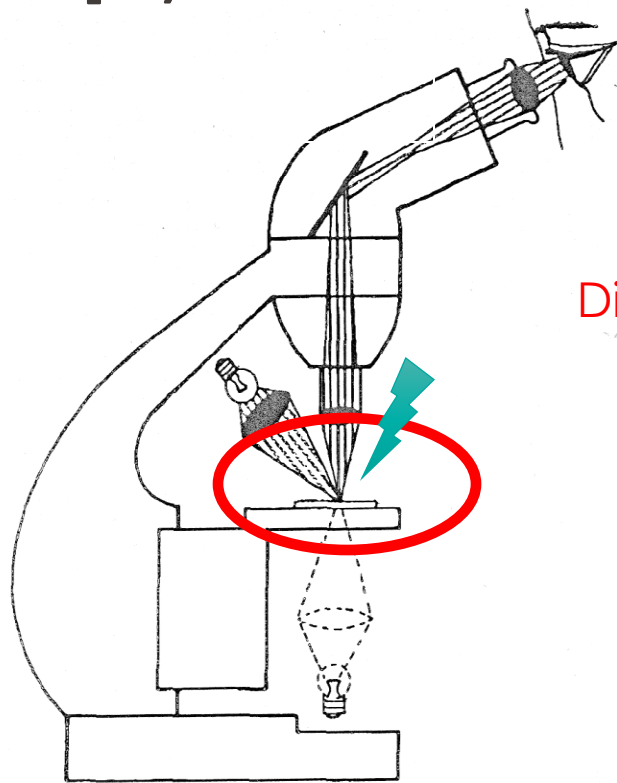
- X janvier 2025
- Examen oral, 20 minutes par personne, 20 minutes de préparation (si pas de changement en raison de la situation sanitaire)
- Pas de notes de cours
- Un formulaire 1 page A4 autorisé recto
- Oral = $\frac{3}{4}$ de la note, TP = $\frac{1}{4}$ de la note
- Vos résumés seront à mis à disposition

Un microscope, c'est...



1. Introduction

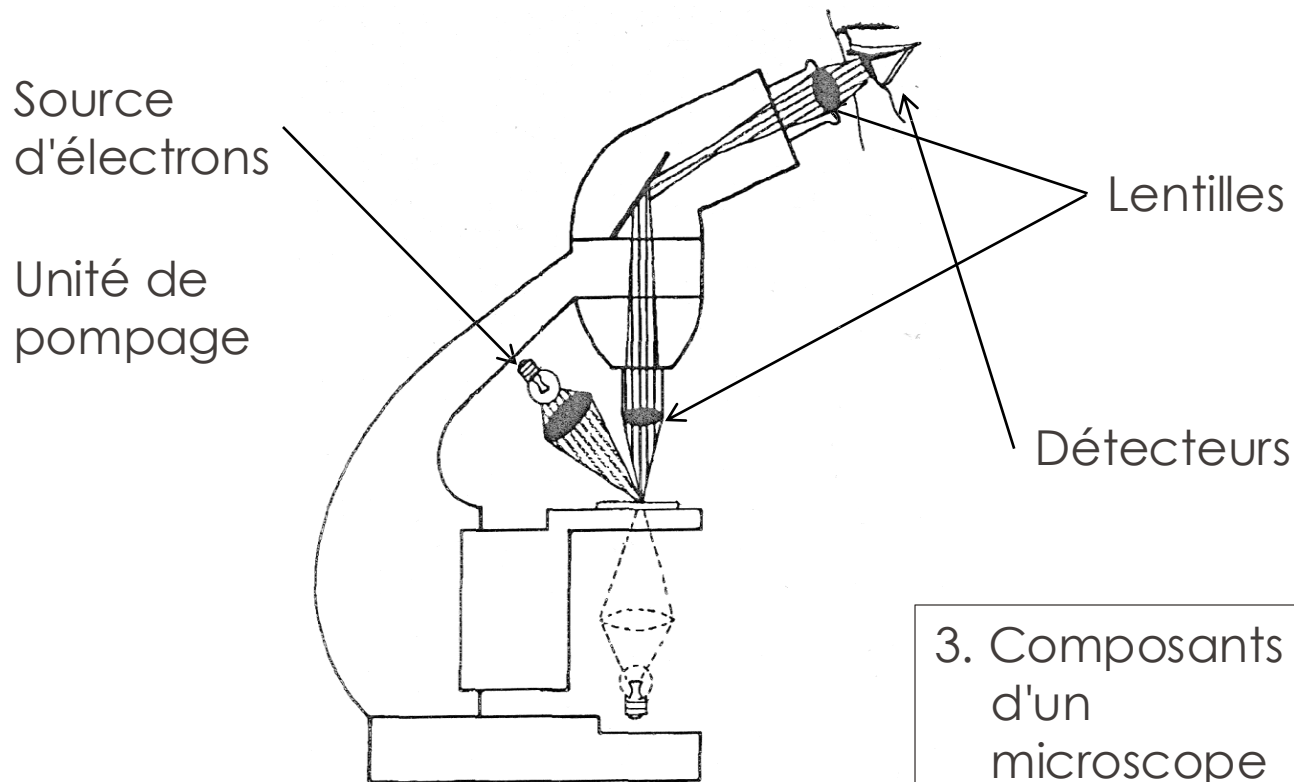
Un microscope, c'est...



Différent signaux
Différents détecteurs
=
Différentes
informations!

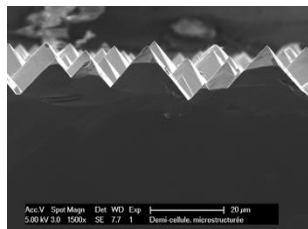
2. Interaction
rayonnement-matière

Un microscope, c'est...



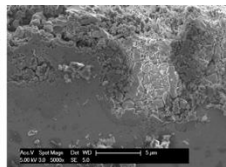
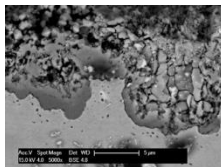
3. Composants
d'un
microscope
électronique

Un microscope, ça sert à...



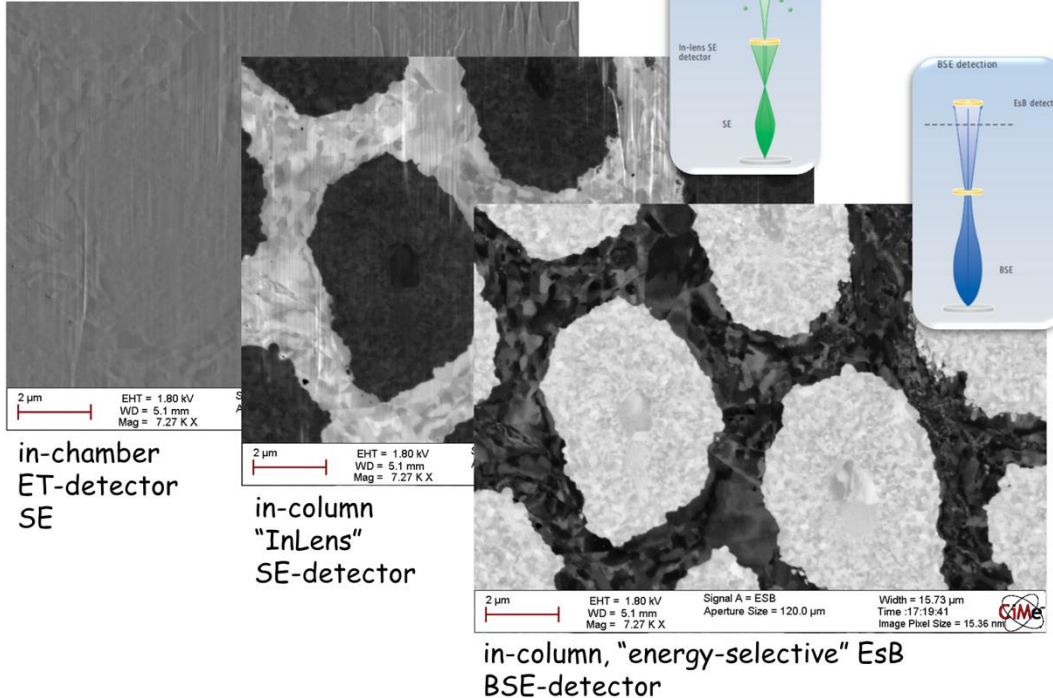
Contraste
topographique

Contraste en Z



4. SEM

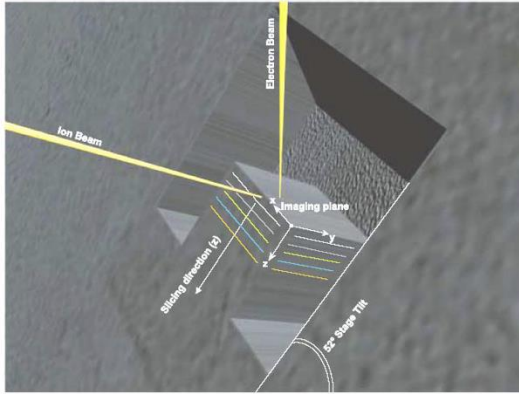
Un microscope, ça sert à...



Différents
détecteurs,
différentes
informations

5. SEM avancé

Un microscope, ça sert à...



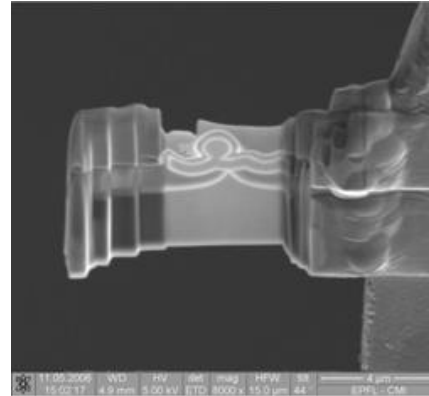
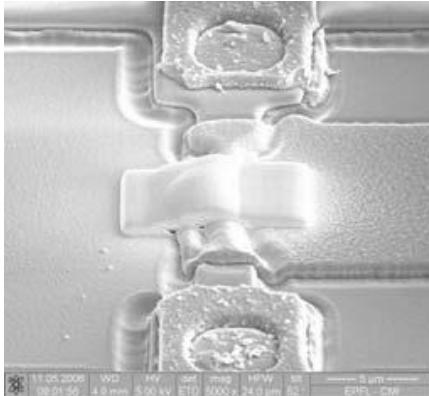
Déposition de matière

Imagerie ionique

Nano-usinage

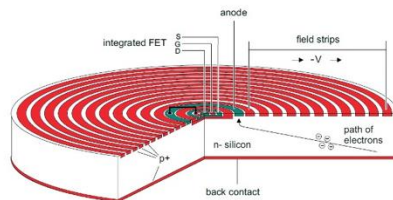
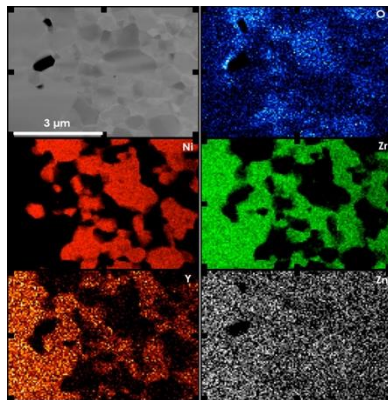
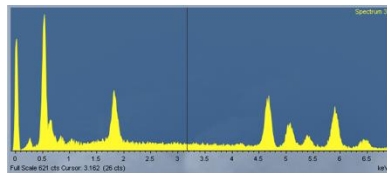
Reconstruction 3D

Préparation d'échantillons TEM



6. FIB

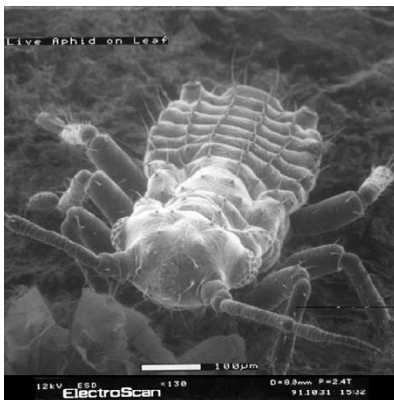
Un microscope, ça sert à...



Détection de RX
Analyse chimique
Carte chimique

7. EDS/EDX

Un microscope, ça sert à...



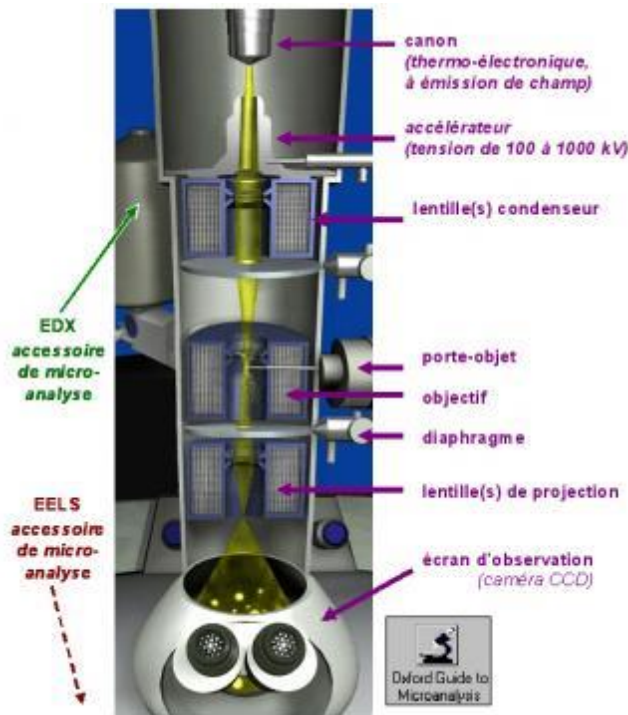
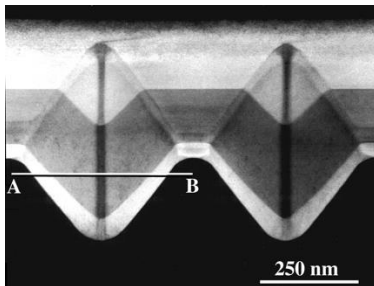
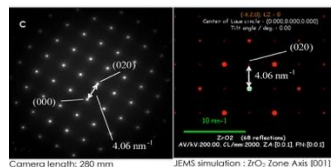
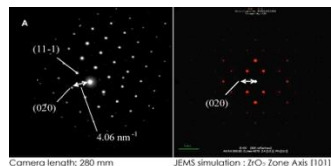
Pression
partielle

Echantillons
hydratés ou
non
conducteurs

8. ESEM

Un microscope, ça sert à...

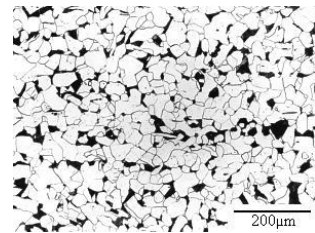
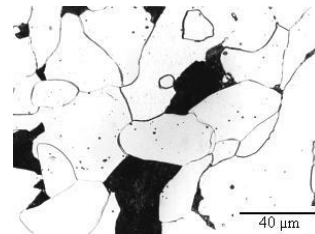
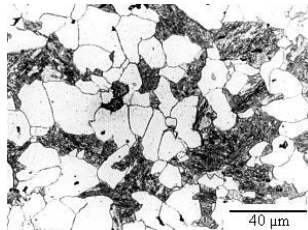
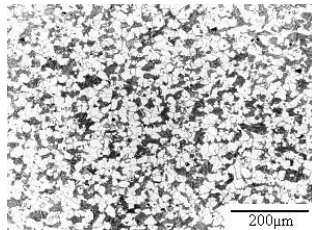
Diffraction électronique



Un microscope, ça sert à...

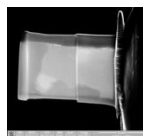
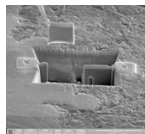
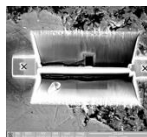
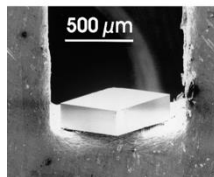
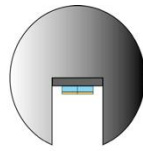
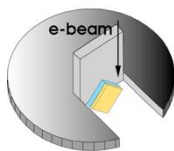
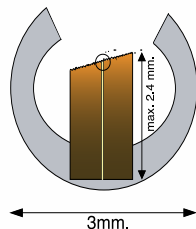
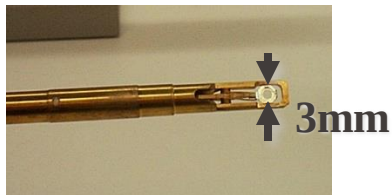
Faire des image. Oui, mais... ensuite il faut:

- savoir les interpréter
- savoir les analyser
- en extraire des données **quantitatives**



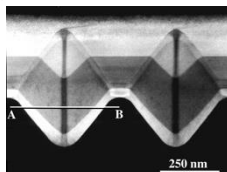
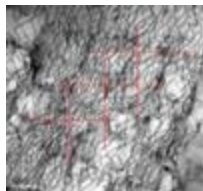
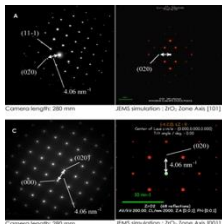
10, 14, 17.
Analyse
microstructurale

Un microscope, ça sert à...



11. Préparation d'échantillons

Un microscope, ça sert à...



TEM conventionnel
Diffraction
électronique
BF, DF

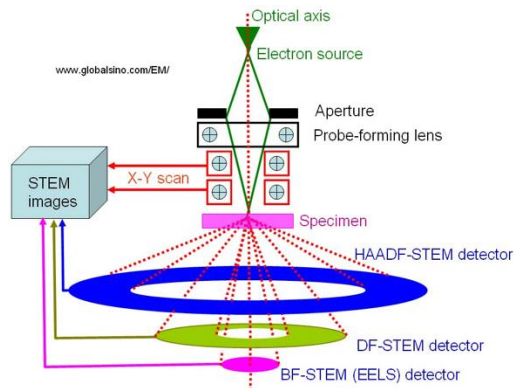
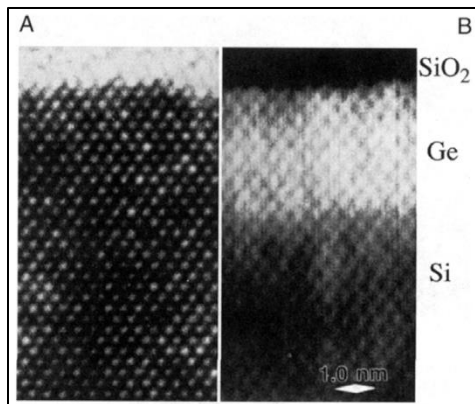
12. Intro TEM,
BF/DF

Un microscope, ça sert à...

Electrons diffusés

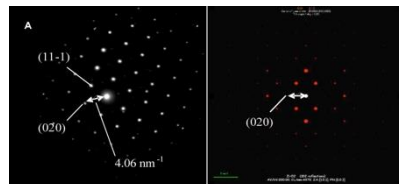
Contraste en Z

Contraste en t

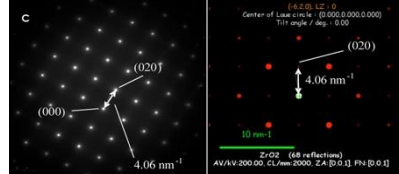


13. STEM

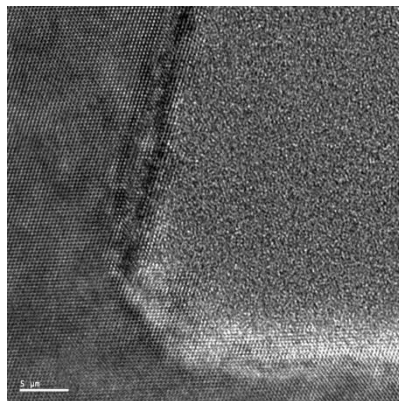
Un microscope, ça sert à...



Camera length: 280 mm

JEMS simulation : ZrO₂ Zone Axis [101]

Camera length: 280 mm

JEMS simulation : ZrO₂ Zone Axis [001]

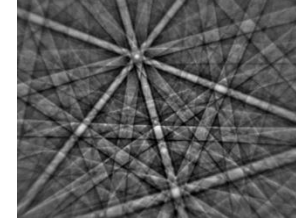
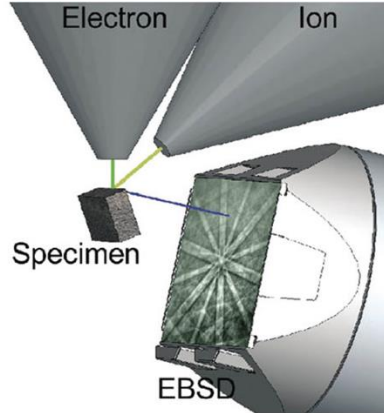
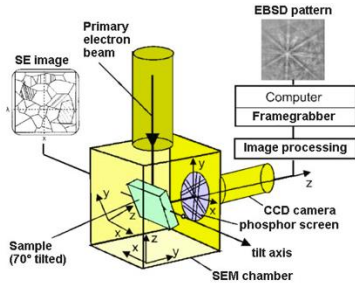
Contraste de phase

Imagerie des colonnes atomique

Haute résolution:
Résolution atomique!

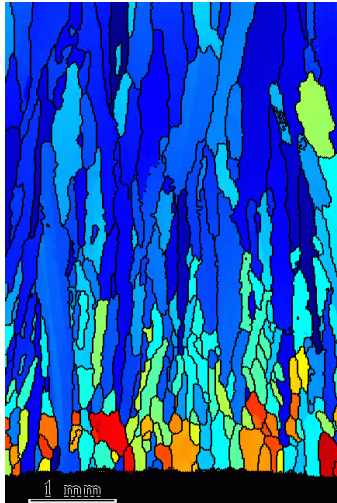
15. HRTEM

Un microscope, ça sert à...



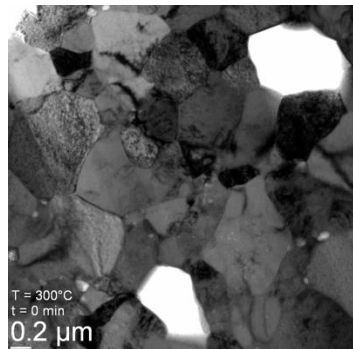
Electrons rétrodiffusé
+ diffractés

Cartes d'orientation

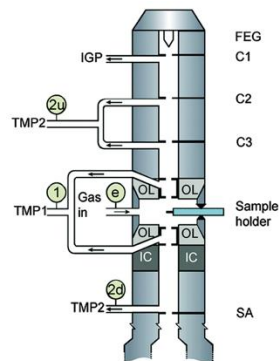


Un microscope, ça sert à...

Chauffage
Atmosphère
Traction

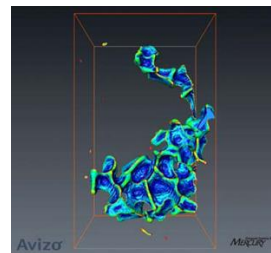
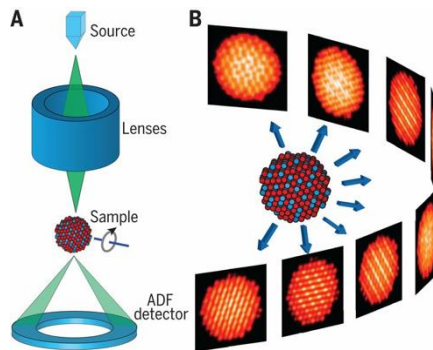
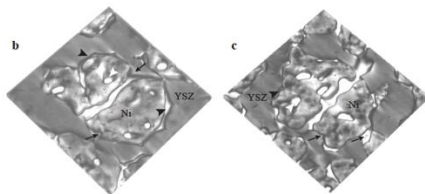
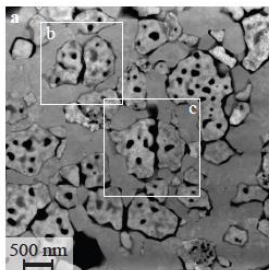


Réduction d'une anode de pile à combustible dans un TEM environnemental



18. *In situ*

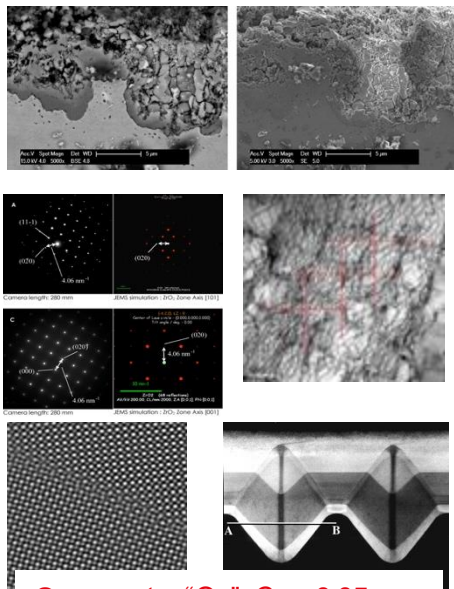
Un microscope, ça sert à...



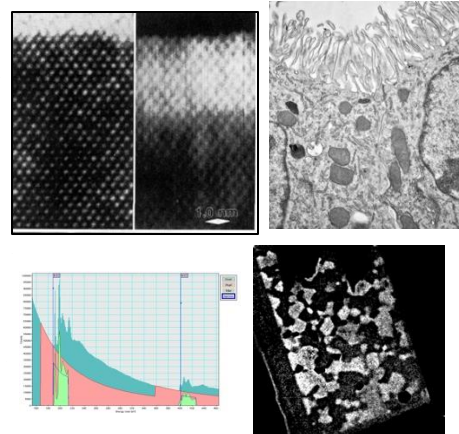
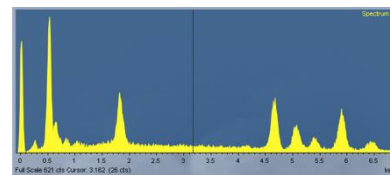
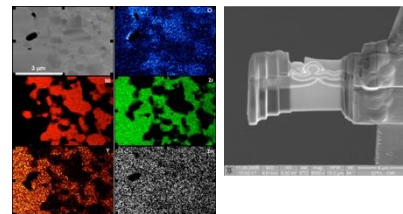
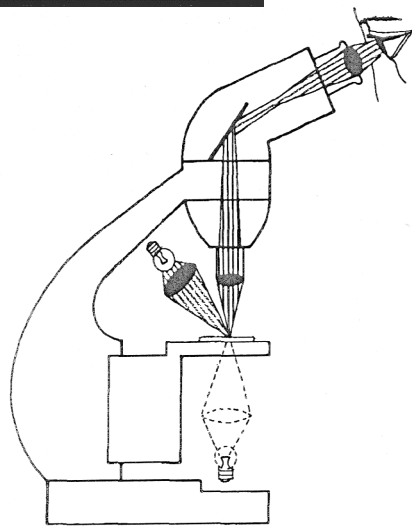
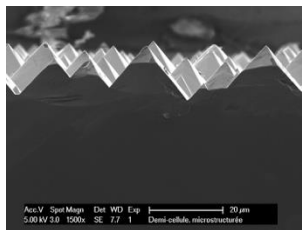
Recontruction 3D

19. Tomographie

Un microscope, ça sert à...



C_s corrector "On"; $C_s = 0.05$ mm



SEM

L. Reimer, *Scanning electron microscopy*, (1998)

J.I. **Goldstein**, *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*, 2017

TEM

D.B. **Williams** and C.B. **Carter**, *Transmission electron microscopy*, 2016

Analyse microstructurale

P. **Grande**, D. Hetzner and K. Kurzydowski, *Practical Guide for Image Analysis*, ISBN: 0-87170-688-1

H. E. Exner, H.P. Hougardy, *Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse*, ISBN: 3-88355-108-2



1665



2021

Un peu d'histoire: optique

Microscopie optique

Antiquité: premières tailles de lentilles convexes

XII-XIII^{ème} siècles: **pouvoir grossissant** des lentilles convexes, loupes, lunettes

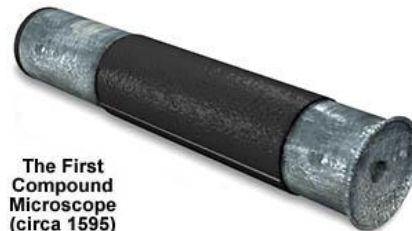
1590 Janssen, premier microscope composé

1609 Galilei: occholino

1665 Hooke: première image de la cellule

1801 **Young**: nature ondulatoire de la lumière

1872 (~) **Abbe**: limite du pouvoir de résolution liée à la longueur d'onde du rayonnement utilisé



The First
Compound
Microscope
(circa 1595)

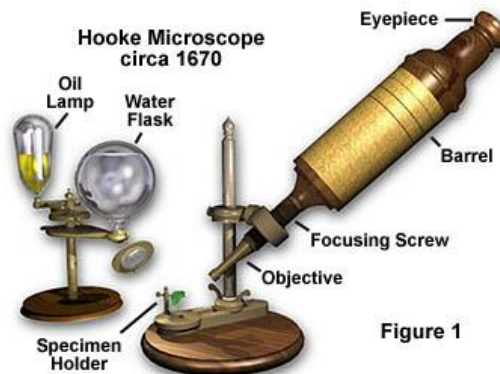
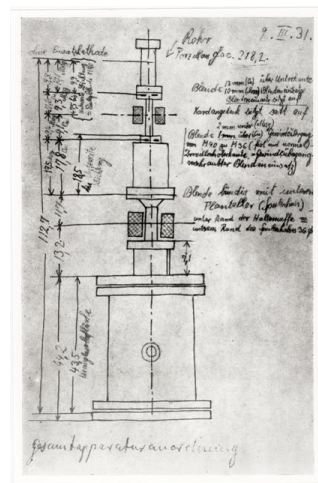
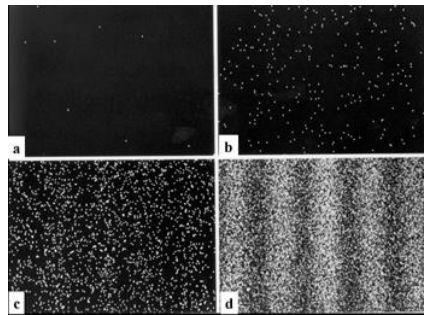
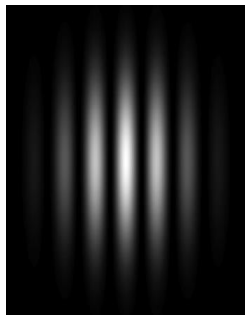
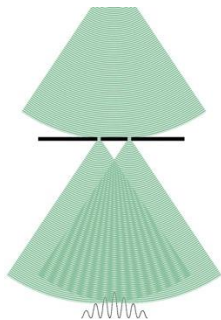


Figure 1

Un peu d'histoire: des électrons?

Microscopie électronique

- 1923 De Broglie:** notion de longueur d'onde associée à des particules, confirmation par expérience de Young
- 1927 Busch:** loi de la focalisation pour les champs magnétiques
Davisson, Germer, Thomson: diffraction électronique
- 1931 Ruska, Knoll,** Premières images par microscopie électronique

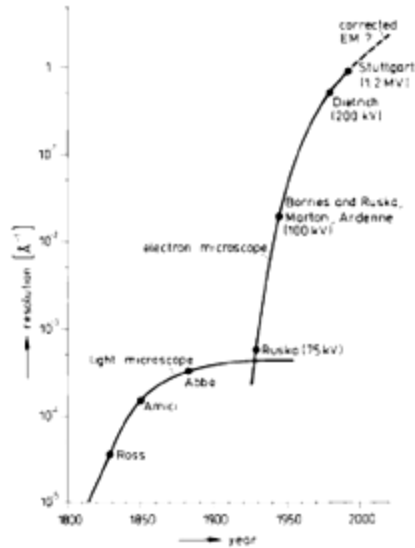


Un peu d'histoire: des électrons?

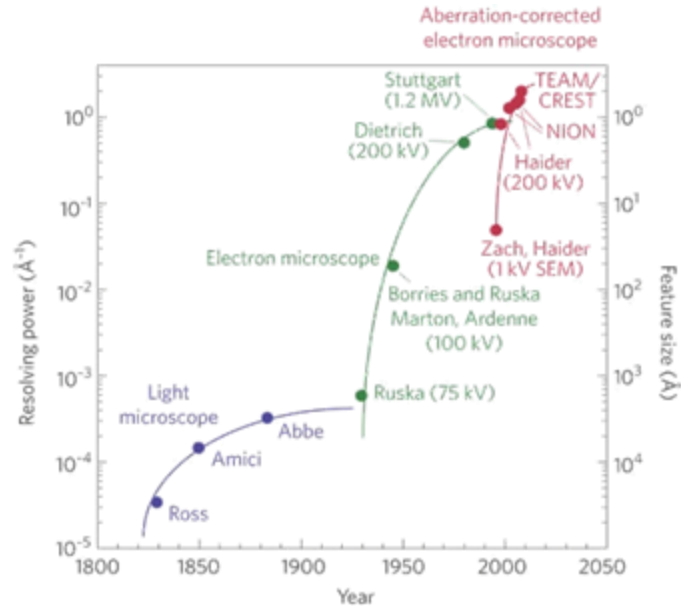
- 1936 Scherzer:** principales aberrations des lentilles électroniques inévitables
- 1938 Von Ardenne: premier microscope électronique à balayage à microsonde
- 1939 Siemens: premiers microscopes électroniques commerciaux (TEM)
- 1948 Gabor: invention de l'holographie
- 1951 Castaing: premier micro-analyseur à RX
- 1960 XX: premier microscope MV, course la résolution
- 1965 Crewe: premier microscope électronique à balayage commercial**
- 1982 Binnig et Rohrer: microscope à effet tunnel
- 1986 Ruska, Binnig et Rohrer: Prix Nobel de Physique
- 1990 Rose:** propose le correcteur de Cs
- 1995 Haider: première réalisation du correcteur de Cs

Un peu d'histoire: résolution

Evolution de la résolution avec les technologies

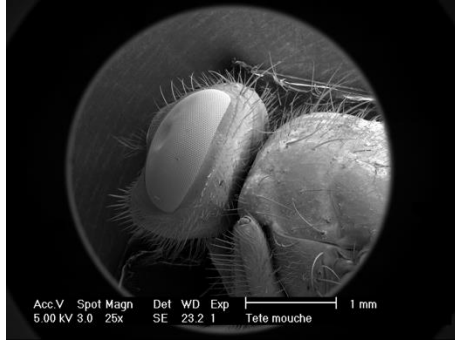


H. Rose, 1994

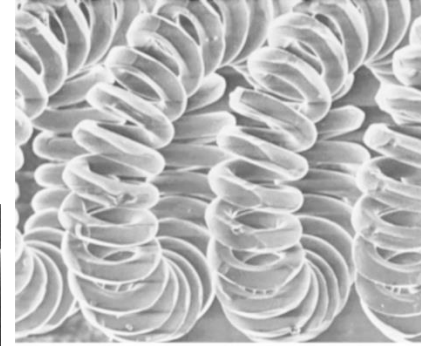
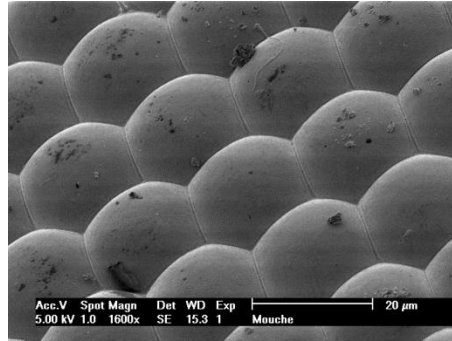


D. A. Muller, Nat. Mat. 8, 263-270 (2009)

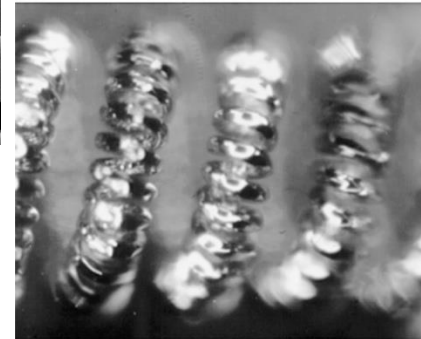
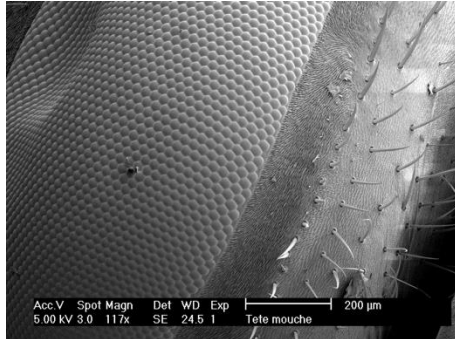
Pourquoi la microscopie électronique?



Profondeur de champ



↑ SEM ≈ 1mm LM ↓

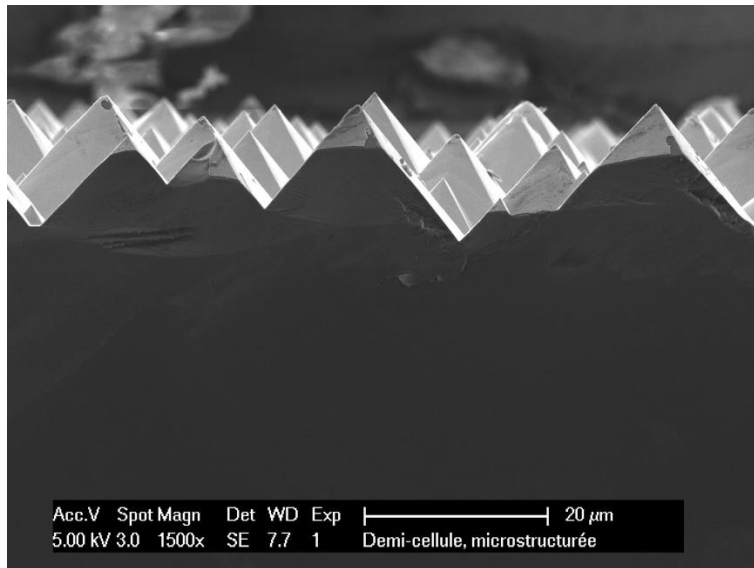


Œil de mouche

Filament de spot, *P. Buffat*

Pourquoi la microscopie électronique?

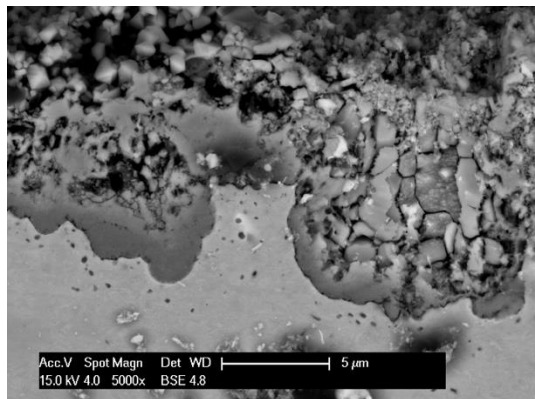
Topographie



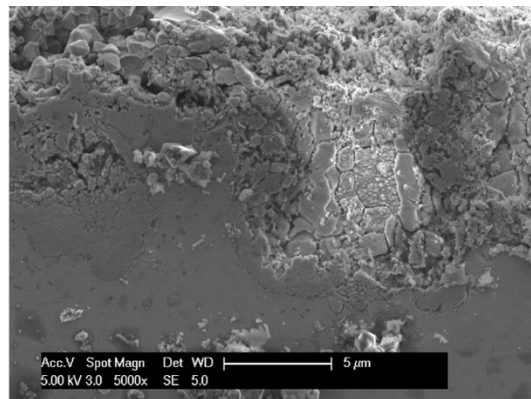
Cellules solaires en couches minces déposées sur Si microstructuré, G. Pasche

Pourquoi la microscopie électronique?

Contraste en Z



Détecteur d'électrons rétrodiffusés



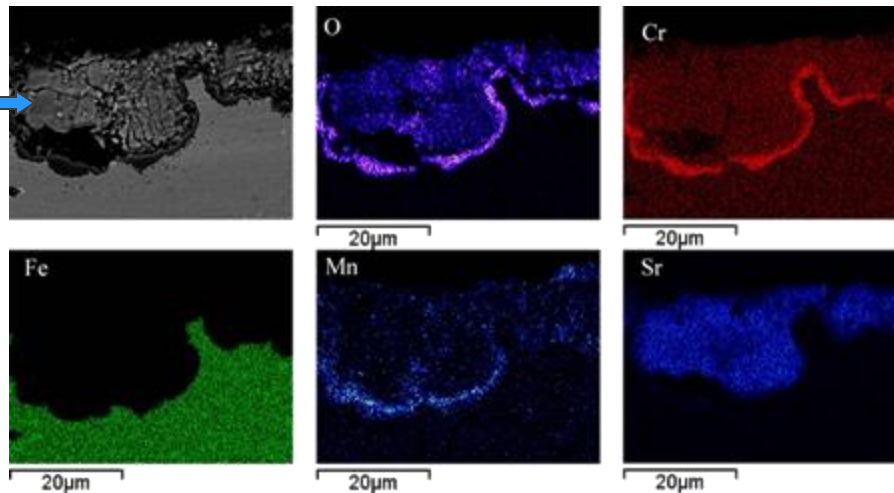
Détecteur d'électrons secondaires

Interconnects en aciers utilisés dans des piles à combustible après usage

Pourquoi la microscopie électronique?

Contraste chimique par EDS

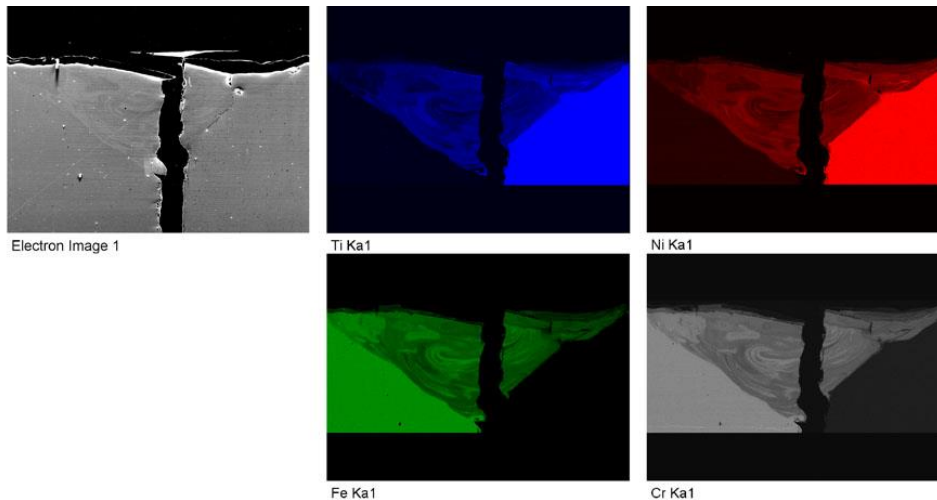
Acier attaqué
formation
de précipités de
 SrCrO_4



Interconnects en aciers utilisés dans des piles à combustible après usage

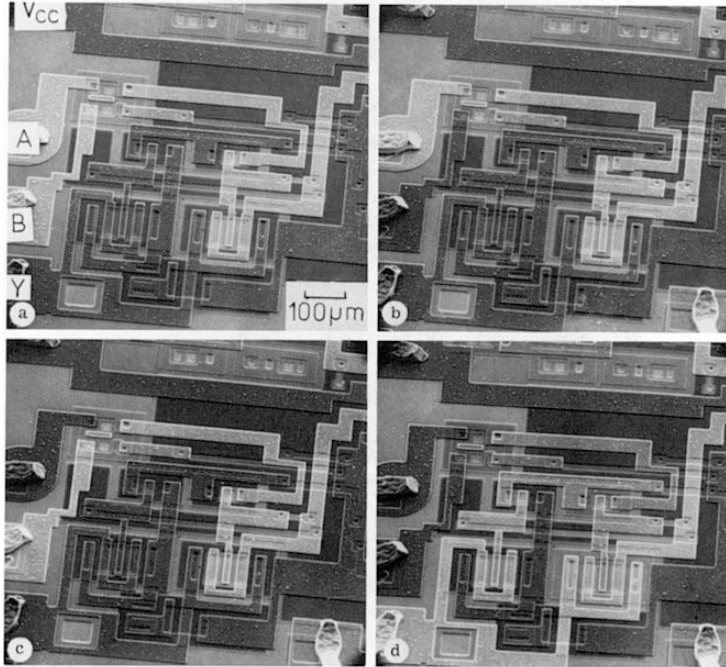
Pourquoi la microscopie électronique?

Contraste chimique par EDS



Trace laser à la jonction d'un acier et d'un alliage NiTi, J. Vannod

Pourquoi la microscopie électronique?



Contrast en tension,
potentiel de surface,
à faible énergie

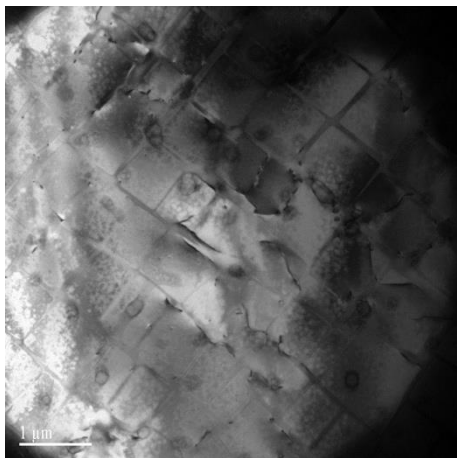
TABLE I. Truth Table for NAND Gate

Condition	Inputs		Output
	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>Y</i>
a	0	0	1
b	0	1	1
c	1	0	1
d	1	1	0

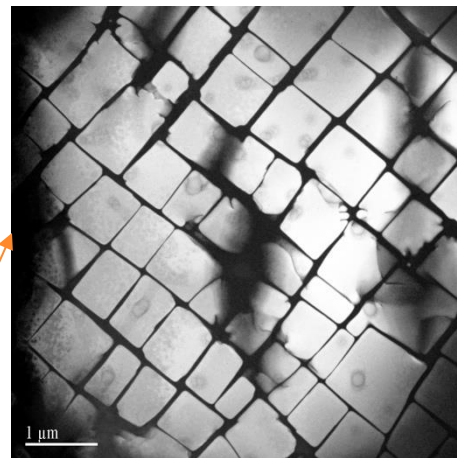
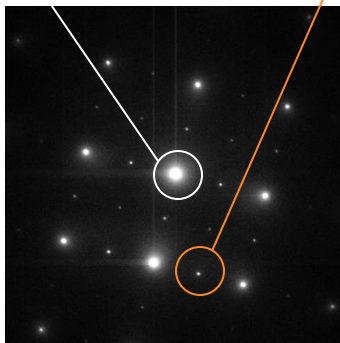
(from Golstein et al, Practical SEM (1975))

Pourquoi la microscopie électronique?

Contraste de diffraction: champ clair, champ sombre



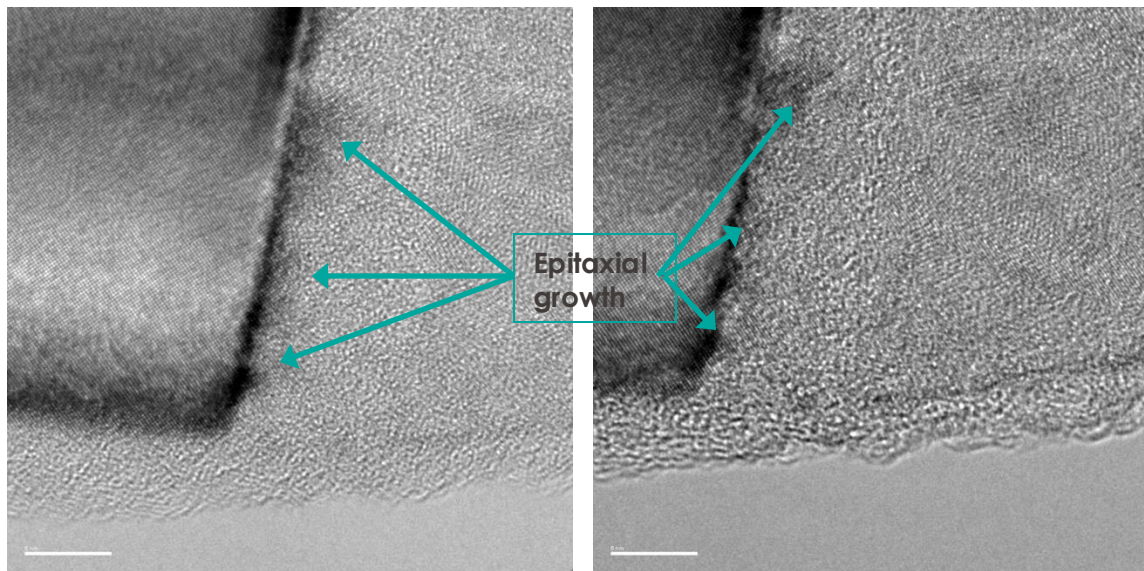
Superalloys à
base de nickel
Contraste γ/γ'



Pourquoi la microscopie électronique?

Contraste de phase: haute résolution

Cellule solaire: hétérojonction, couches minces sur substrat Si

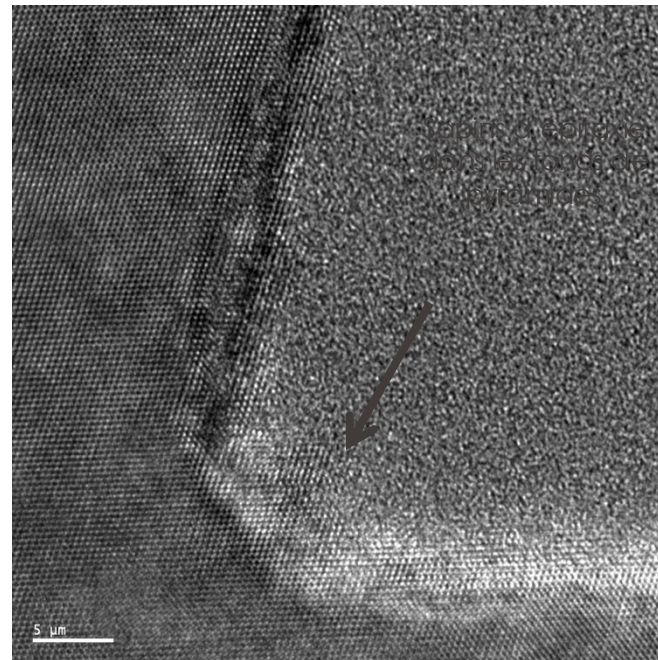
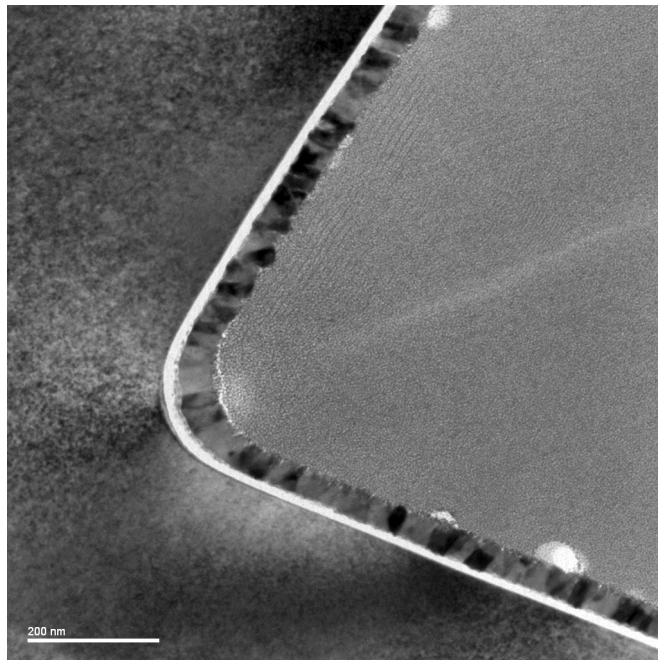


Interface Si c/Si a/Si μc , 510'000x, focussed

Interface Si c/Si a/Si μc , 510'000x, underfocussed

Pourquoi la microscopie électronique?

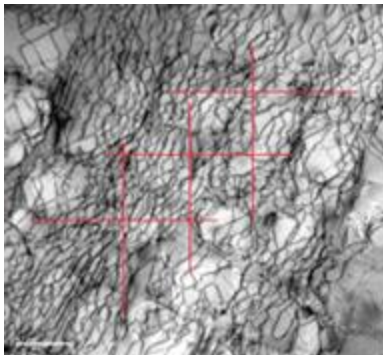
Champ clair et haute résolution



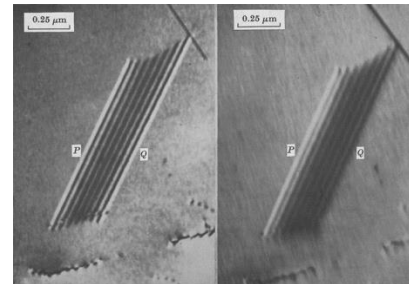
Cellule solaire, hétérojonction sur substrat Si monocristallin microstructuré

Pourquoi la microscopie électronique?

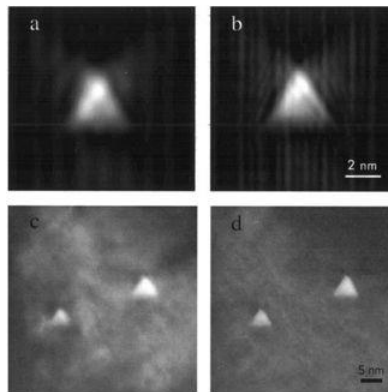
Analyse de défauts cristallin



Réseau de dislocations



Tétraèdres de fautes



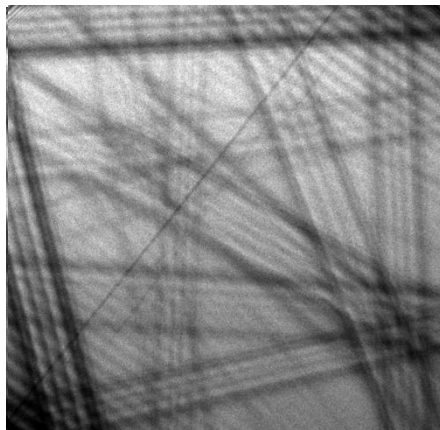
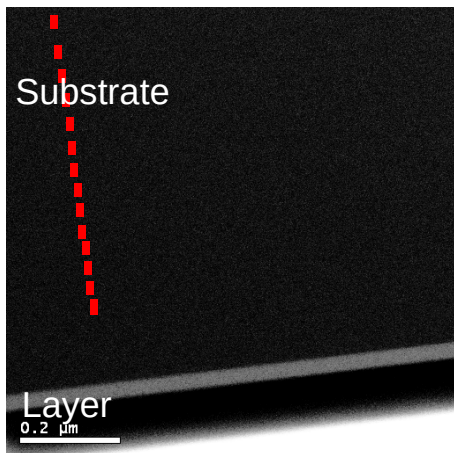
Fautes d'empilement

Carter et Williams

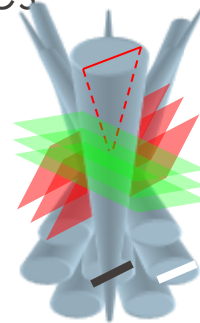
R. Schäublin

Pourquoi la microscopie électronique?

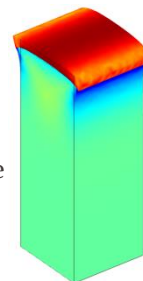
Diffraction convergente: mesure de contraintes



Lines profile
evolution



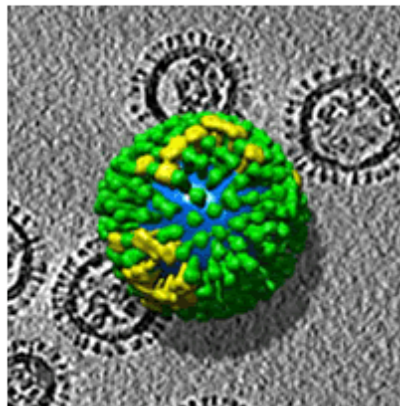
Compressive
case



Couche $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ sur substrat Si, F. Houdelier

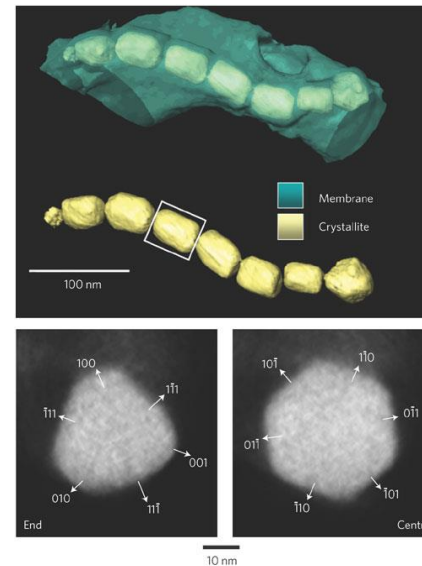
Pourquoi la microscopie électronique?

Tomographie



Structure 3D du virus de la grippe (taille env. 120 nm)

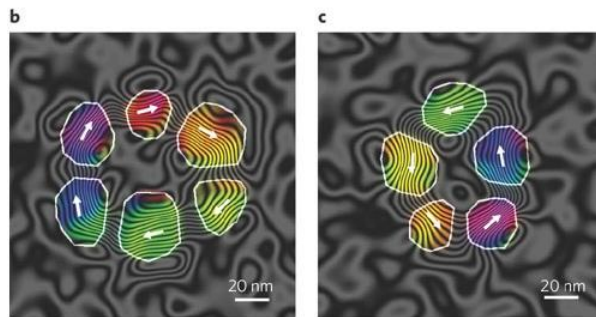
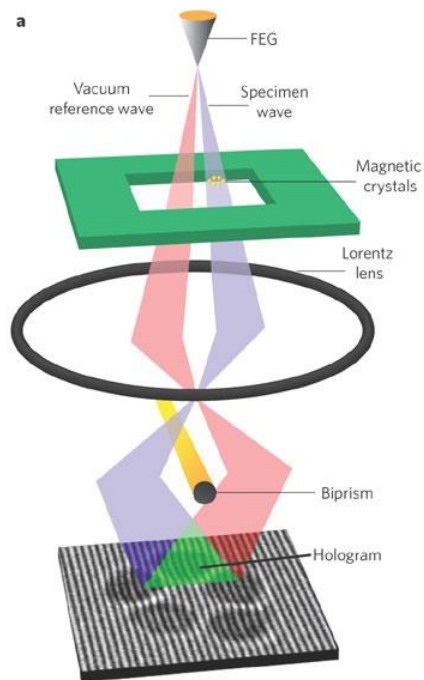
Harris A, *et al.* Influenza virus pleiomorphy characterized by cryoelectron tomography. *PNAS* 2006;103(50):19123-19127.



Reconstruction 3D d'une bactérie magnétotactique: magnétite à l'intérieur de la membrane d'une bactérie.

Paul A. Midgley & Rafal E. Dunin-Borkowski
Nature Materials **8**, 271 - 280 (2009)

Holographie électronique: champs magnétiques

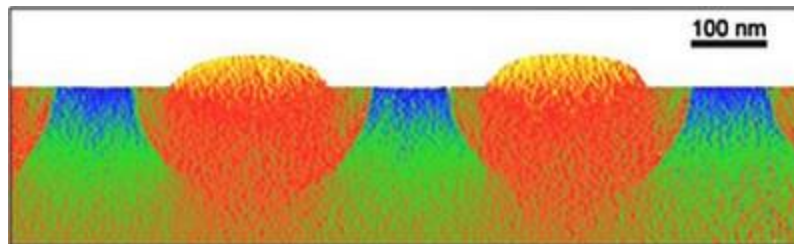
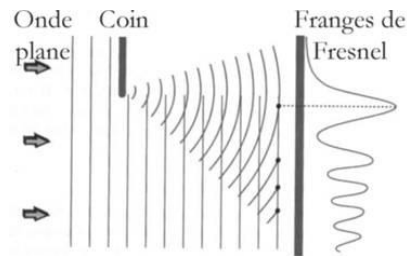
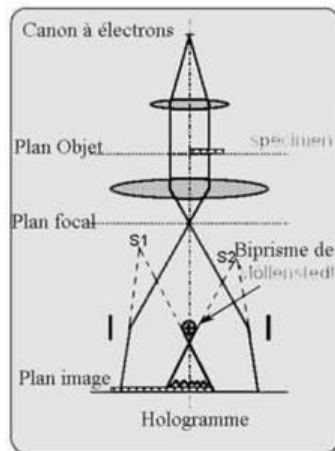


Hologramme off-axis, montrant la projection de la densité de flux magnétique à l'intérieur et autour de nanocristaux de Co.

Paul A. Midgley & Rafal E. Dunin-Borkowski
Nature Materials **8**, 271 - 280 (2009)

Pourquoi la microscopie électronique?

Holographie électronique: mesure de contraintes

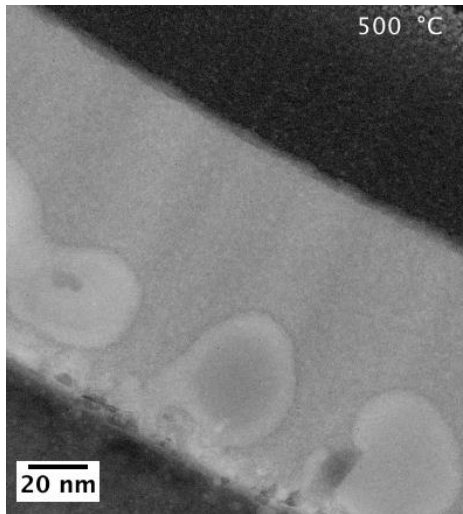
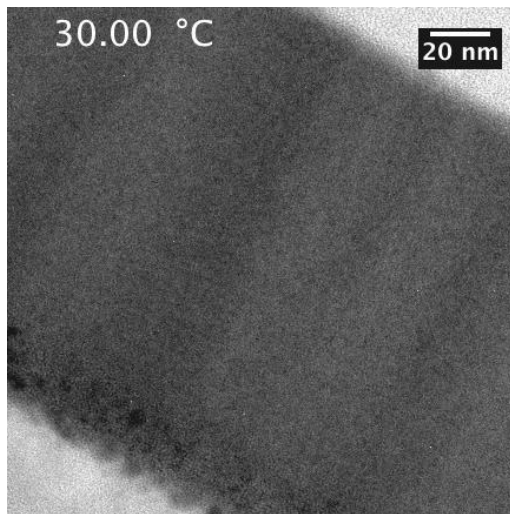


Observation des déformations dans un cristal grâce l'holographie électronique. Les zones bleues correspondent à des régions de compression d'environ 2 % et les zones rouges à des régions de tension de 2 %, tiré de *Nature*, juin 2008

Pourquoi la microscopie électronique?

Microscopie *in situ*: suivi en live d'un événement subi par l'échantillon

Exemple: TCO sur verre pendant chauffage et refroidissement



Objectifs du cours et des TP

- Comprendre le fonctionnement d'un SEM, d'un TEM, d'un OM (ou LM)
- Comprendre la formation du contraste d'une image
- Savoir extraire l'information d'une image
- Savoir quantifier la microstructure
- Savoir choisir la bonne technique pour l'information souhaitée
- Autres??

