

The background of the slide is a high-magnification scanning electron micrograph (SEM) of various pollen grains. The grains exhibit diverse shapes, including spherical, oval, and elongated forms, many with intricate surface textures like reticulation or spines. The image is rendered in a monochromatic red color scheme.

ESEM: SEM environnemental

Aïcha Hessler-Wyser

PV-Lab

Un SEM environnemental sert à...

- A. Etudier l'environnement de l'échantillon
- B. Etudier la réaction de l'échantillon avec un gaz
- C. Etudier des échantillons cristallins
- D. Etudier des échantillons non-conducteurs
- E. Etudier des échantillons « vivants »
- F. Etudier des échantillons sous très haut vide

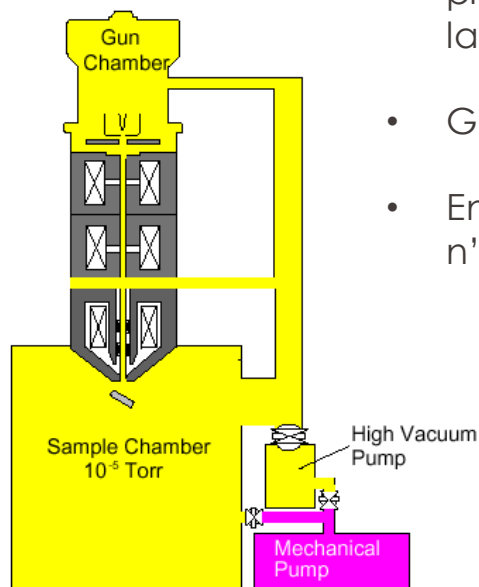
Microscope électronique à balayage environnemental: ESEM

- Principes
- Echantillons hydratés
- Echantillons isolants
- Exemples

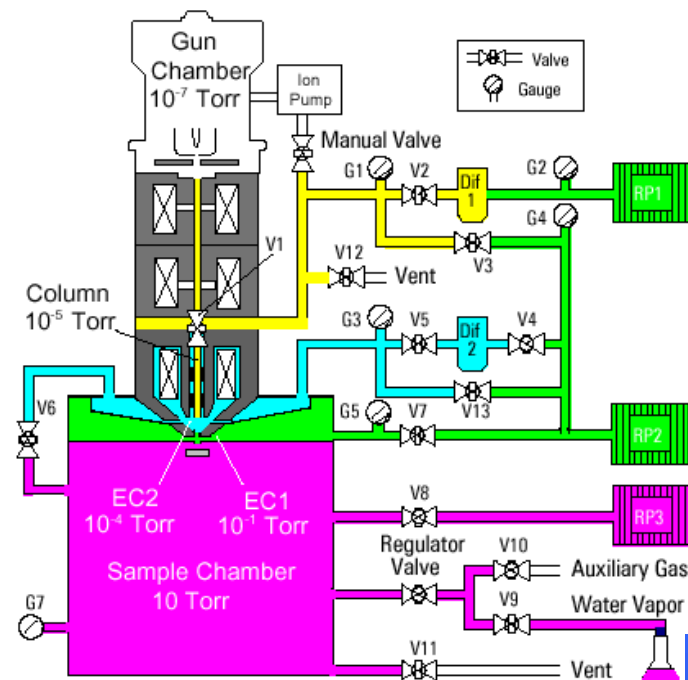
Système de vide: pompage différentiel

- SEM normal: haut vide dans la chambre et la colonne
 - Le haut vide dans la chambre évite une diffusion des électrons par les particules de gaz: la sonde reste fine
- ESEM: pression partielle dans la chambre, selon applications
 - Permet d'étudier des échantillons dans divers environnements en manipulant la pression, la température, l'humidité ou encore la composition du gaz ou du liquide ambiant
 - Permet d'observer des échantillons non conducteurs, humides, sales, dégazant ou dynamiques sans préparation spécifique

Système de vide: pompage différentiel



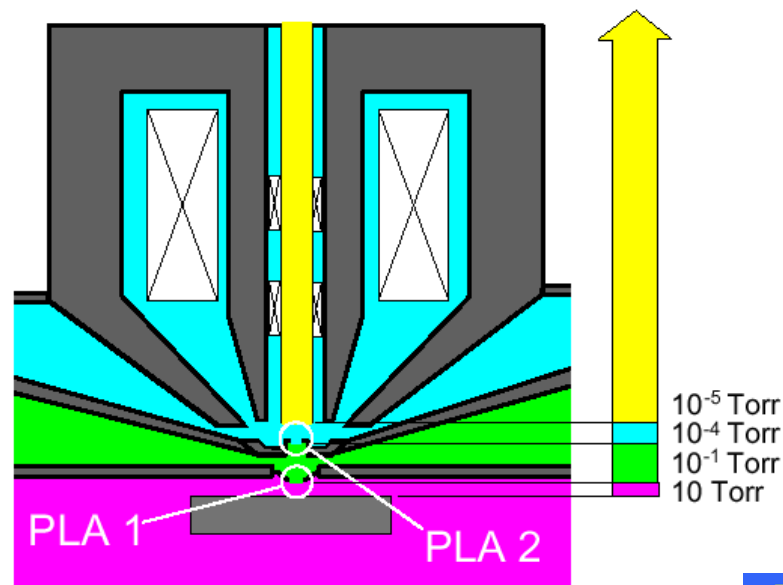
- Plusieurs diaphragmes de pompage différentiel limitent la différence de pression entre le canon et la chambre
- Gradient de pression
- En mode low vacuum, on n'a qu'un diaphragme



Système de vide: pompage différentiel

ESEM

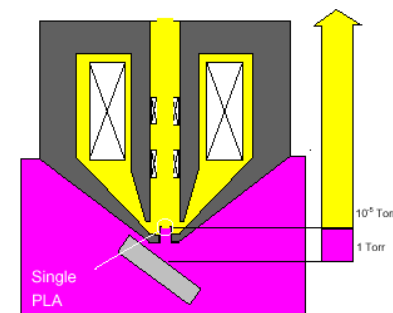
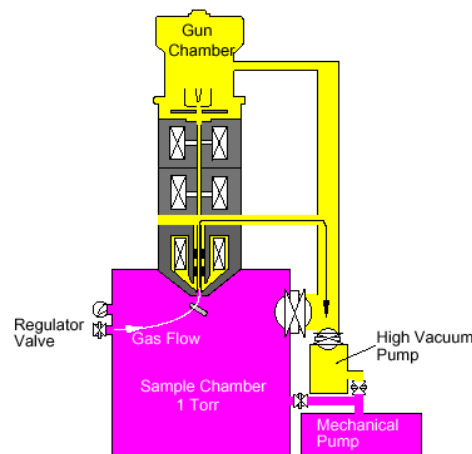
- Combinaison de plusieurs diaphragmes différentiels
- Permet des ouvertures plus grandes
- Limite les parcours de diffusion des électrons dans le gaz



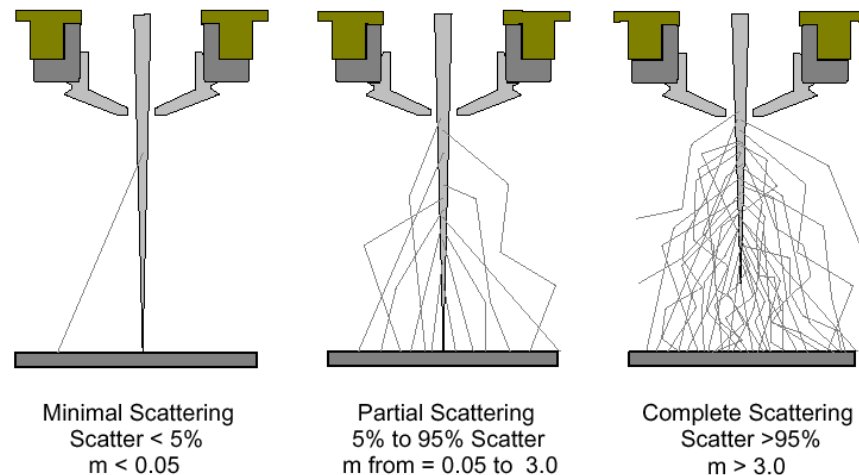
Système de vide: pompage différentiel

LV-SEM

- Low-vacuum SEM: il n'y a qu'un diaphragme différentiel
- Il doit maintenir la différence de pression entre la colonne et la chambre, mais être assez grand pour laisser passer le faisceau

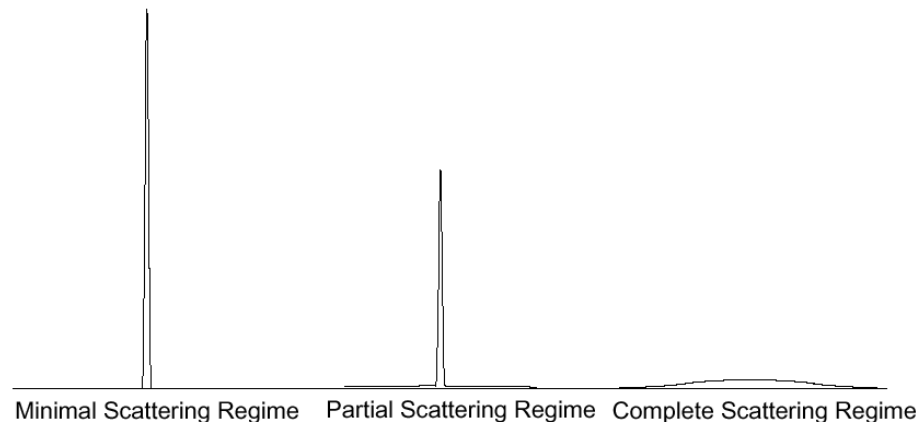


- Jusqu'à 5% d'électrons diffusés, l'image est encore nette
- Au-delà, l'image est floue
- On doit ajuster la distance de travail (WD) avec le libre parcours moyen de l'atmosphère
- Le cône de diffusion s'appelle une « jupe » de diffusion

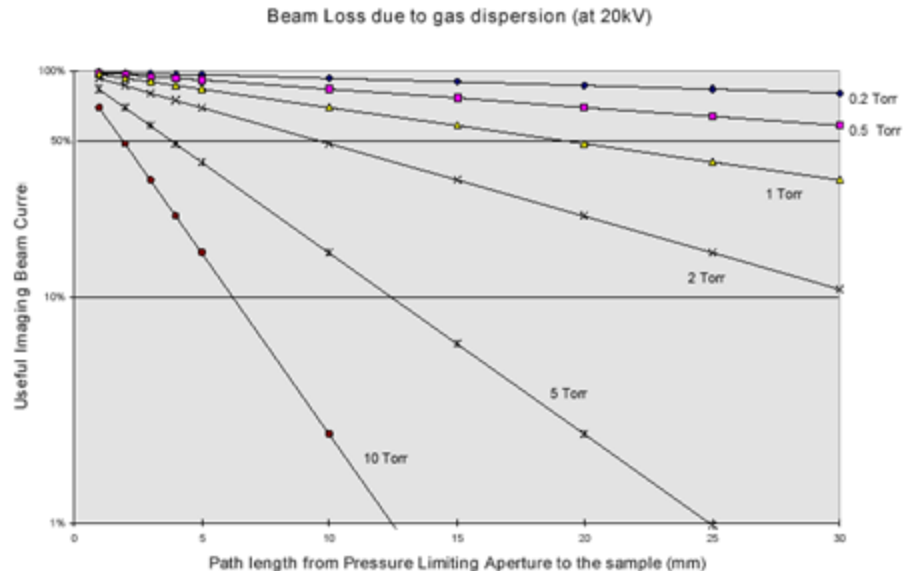


m: nombre moyen de collisions des électrons

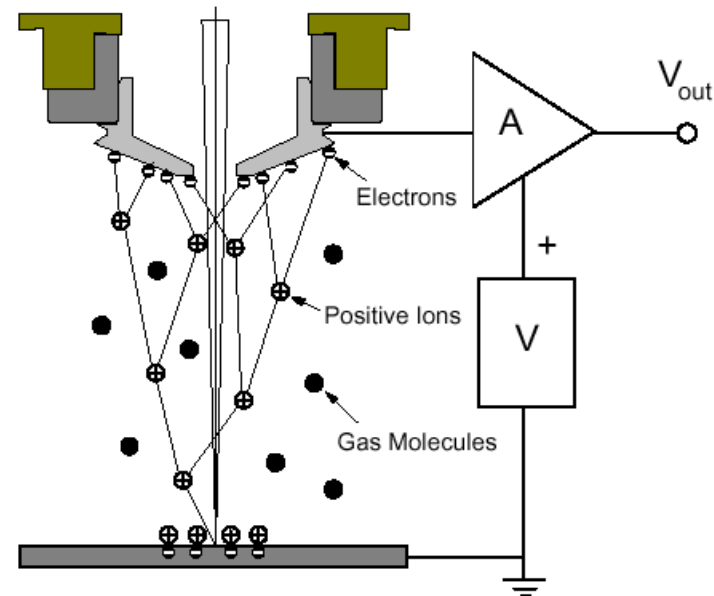
- Jusqu'à 5% d'électrons diffusés, l'image est encore nette
- Au-delà, l'image est floue
- On doit ajuster la distance de travail (WD) avec le libre parcours moyen de l'atmosphère
- En mode diffusion partielle, l'essentiel des électrons sont encore focalisés



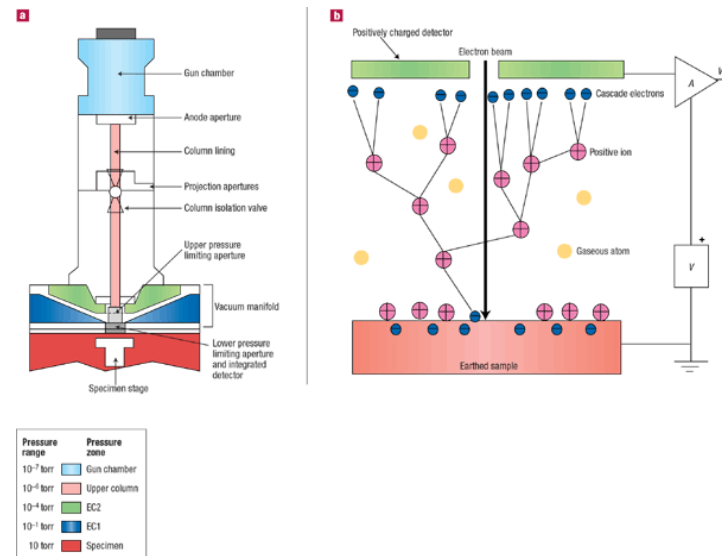
- La perte de courant dans la sonde focalisée dépend de la pression et de la longueur de diffusion dans la chambre
- On voit l'intérêt de réduire la distance de travail



- La tension du détecteur va générer des arcs avec les particules ionisées de la chambre
- Electroscan a développé un détecteur sur la pièce polaire qui attire les SEs
- Les SEs ionisent les particules de gaz et font des cascades de SE: il y a amplification
- D'autres fabricants ont développé des systèmes basés sur l'émission optique des particules de gaz



- La tension du détecteur va générer des arcs avec les particules ionisées de la chambre
- Electroscan a développé un détecteur sur la pièce polaire qui attire les SEs
- Les SEs ionisent les particules de gaz et font des cascades de SE: il y a amplification
- Les particules ionisées peuvent neutraliser les charges accumulées à la surface de l'échantillon



Exemples: réduction de l'effet de charge

- Particules SiN isolantes

SEM

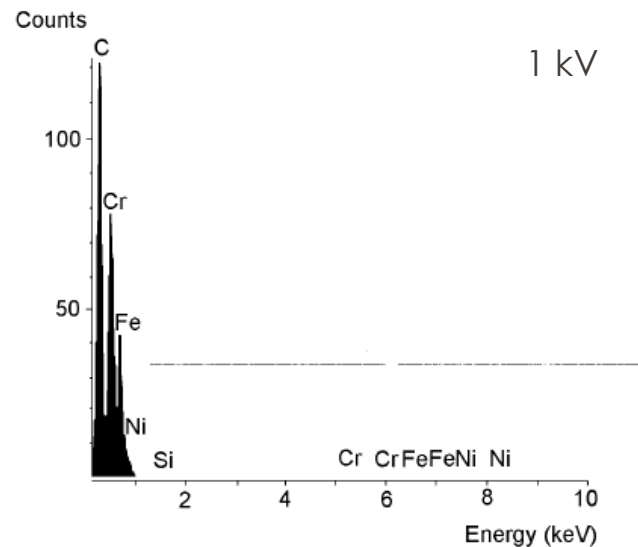
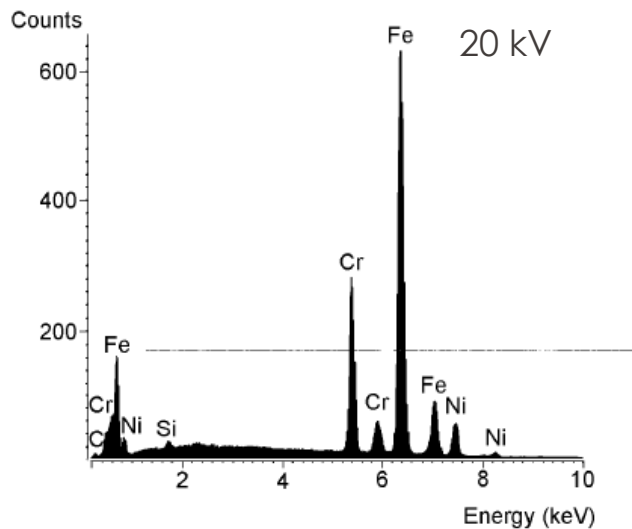


ESEM

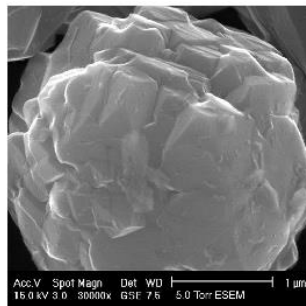


Exemples: réduction de l'effet de charge

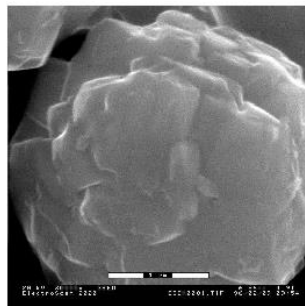
- Réduire la tension n'est pas compatible avec l'EDS!!



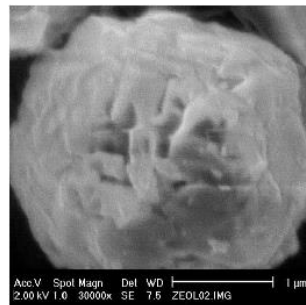
Exemples: Effet du canon et de la tension



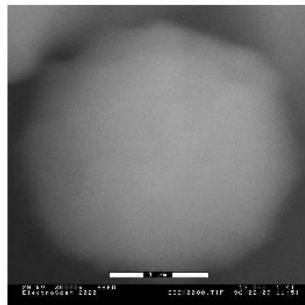
ESEM, FEG,
15 kV, GSED



ESEM, LaB6,
20 kV, GSED



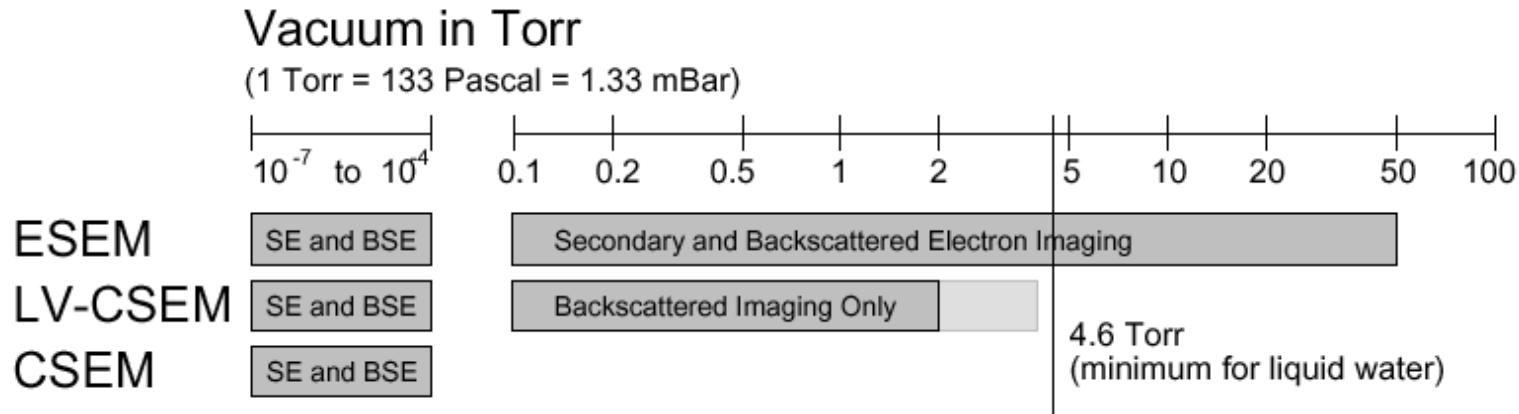
SEM, FEG, 2 kV,
détecteur ET



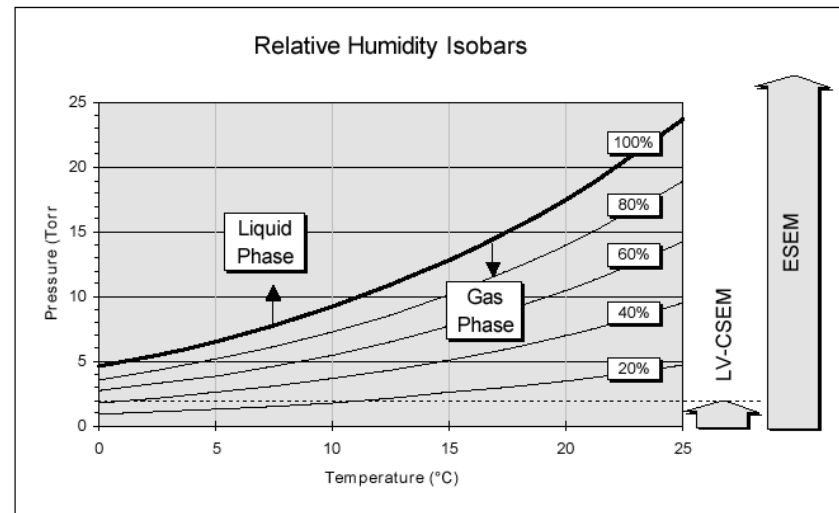
LV-SEM, LaB6,
20 kV, BSE

- Les conditions d'opération doivent être soigneusement choisies en fonction de ce dont on a besoin
- Pour de l'imagerie, avoir un FEG améliore beaucoup l'image
- Le LV-SEM offre des possibilités limitées

- LV-CSEM: low vacuum conventional SEM, cela ne permet que de l'imagerie avec les BSE
- Seul ESEM permet de faire de l'imagerie avec des SE dans une atmosphère partielle
- Seul l'ESEM permet d'avoir la pression nécessaire pour maintenir un échantillon humide.



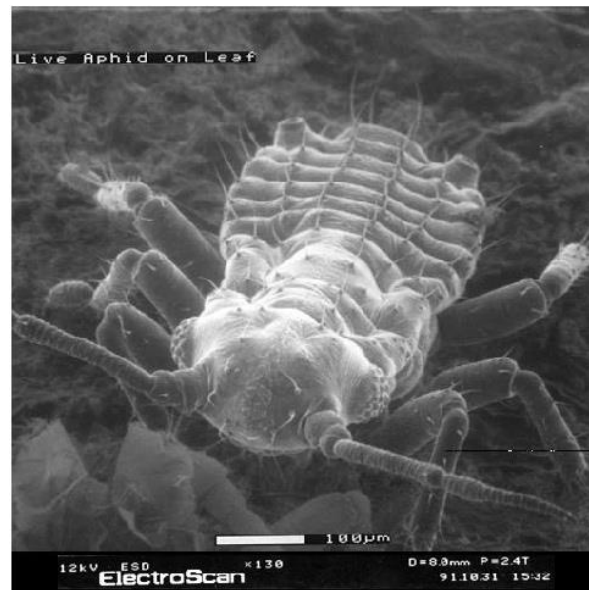
- Ligne magique: pression dans la chambre à laquelle l'eau peu condenser
- La pression minimale dans la chambre doit être au minimum de 4.8 Torr
- Pour éviter la condensation ailleurs dans le microscope, on refroidit l'échantillon pour faire baisser la pression de saturation



(1 torr = 1.33322 mbar)

Exemple: objet vivant (et humide)

- Puceron sur une feuille
- Images prises pour National Geographic

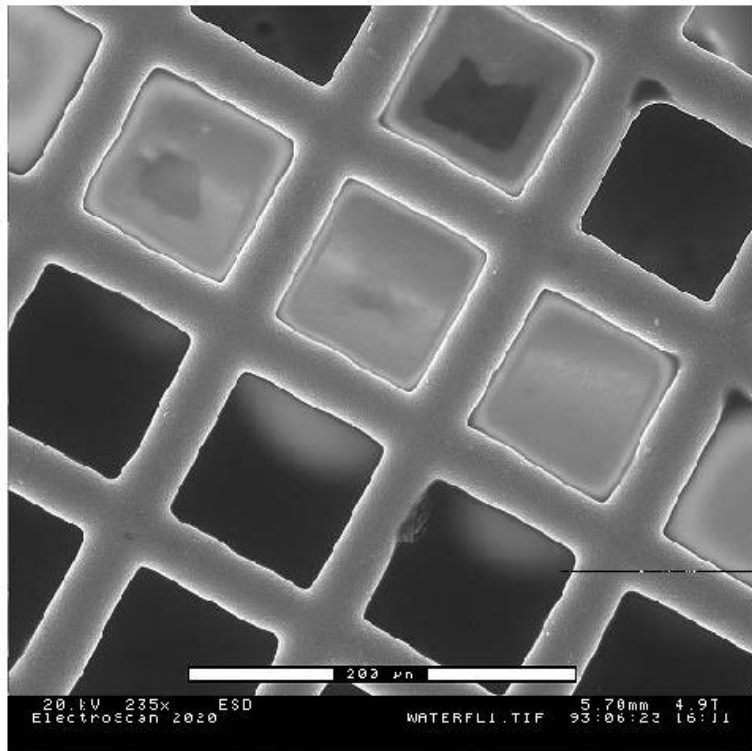


Exemple: objet vivant (et humide)

- Acarien en train de manger du fromage
- Les insectes ralentissent au fur et à mesure de l'observation à cause de la faible pression (comme s'ils étaient au sommet de l'Everest!)



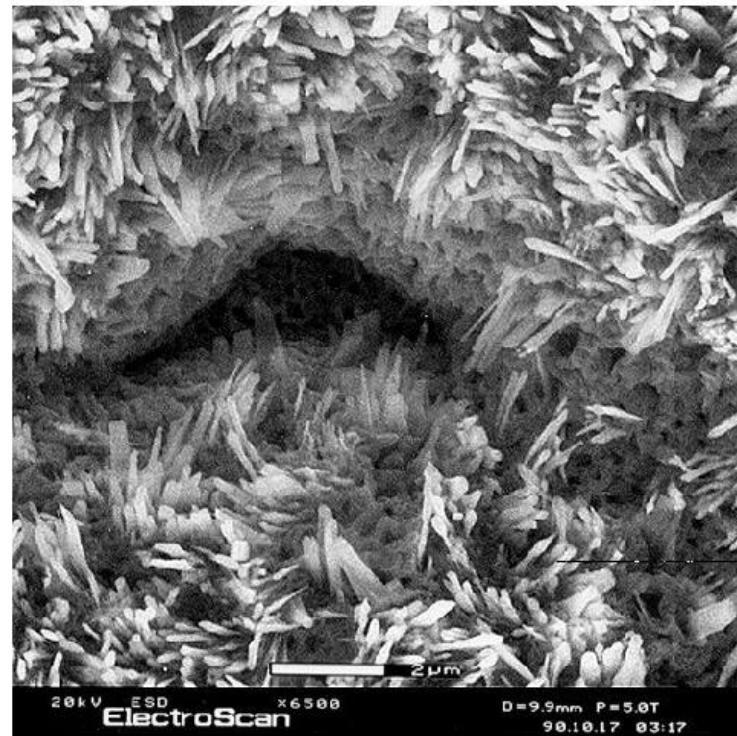
Exemple: objet humide (ou hydraté)



- Film d'eau déposé sur une grille de cuivre

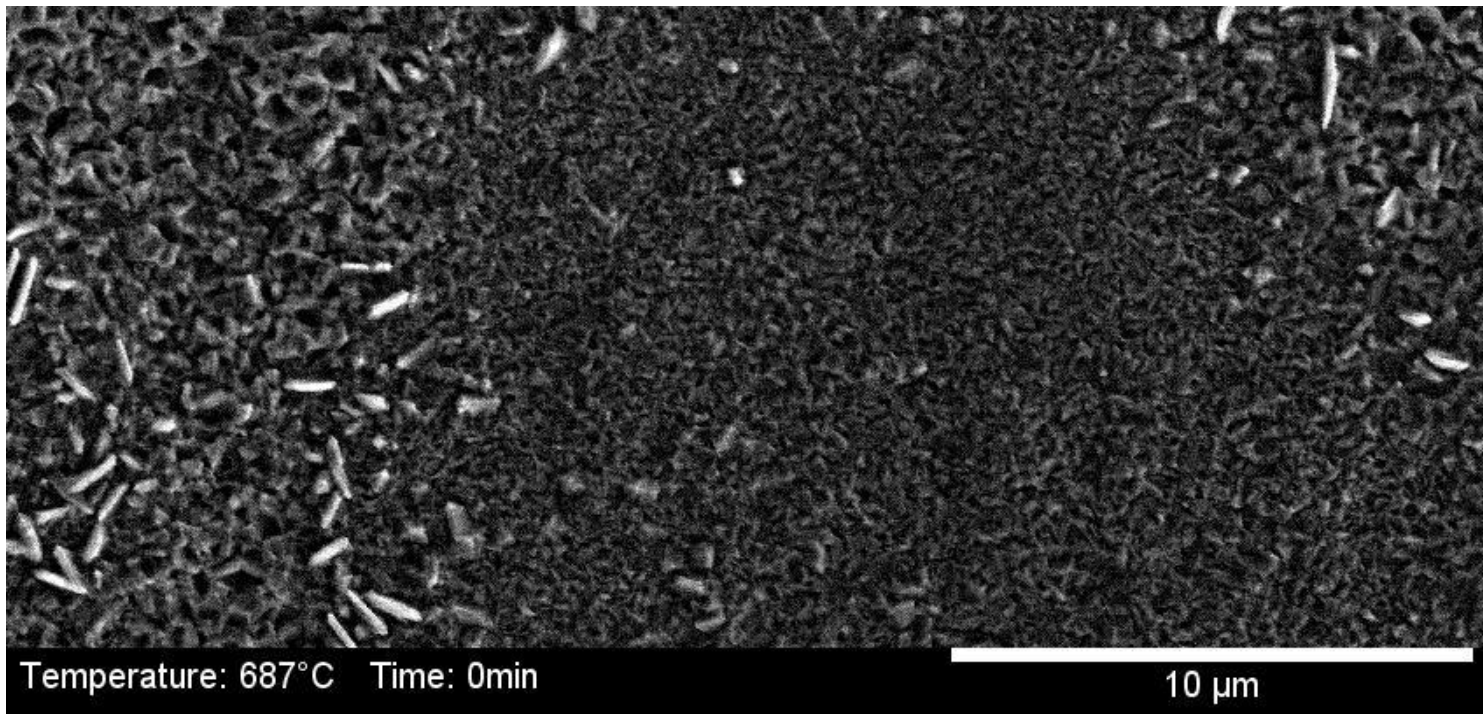
Exemple: oxydation/corrosion

- Oxydation de fer
- *In situ* dans le microscope!



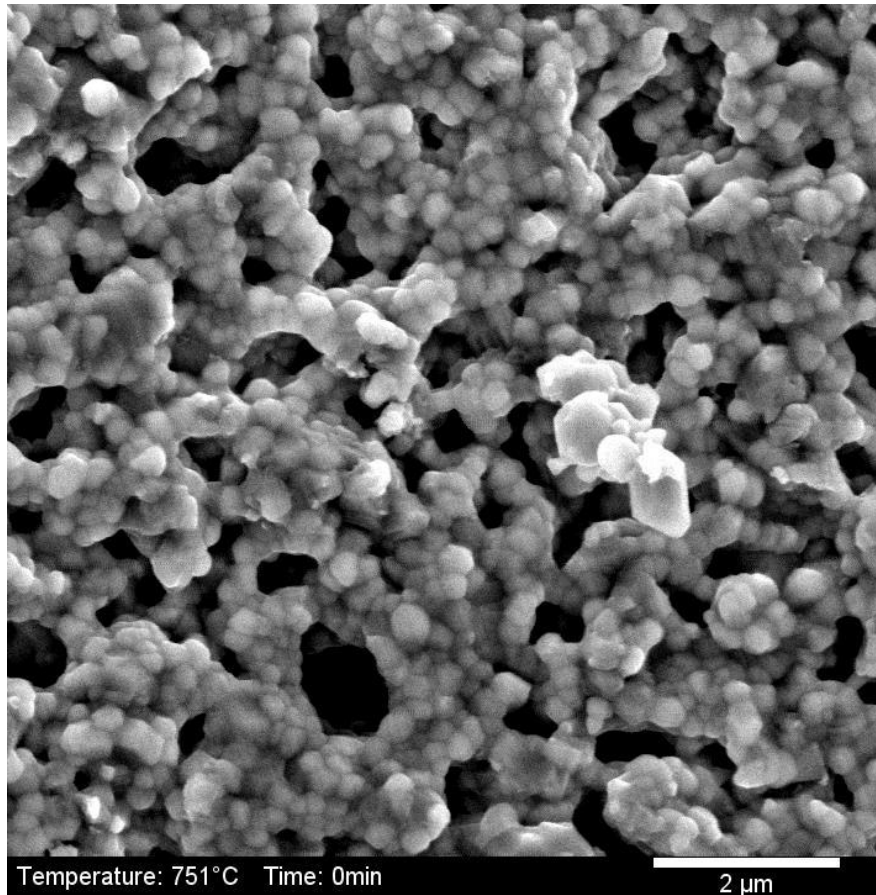
Exemple: oxydation/corrosion

Arrêtes d'oxyde d'une couche de Co oxydée sur un acier lors du refroidissement

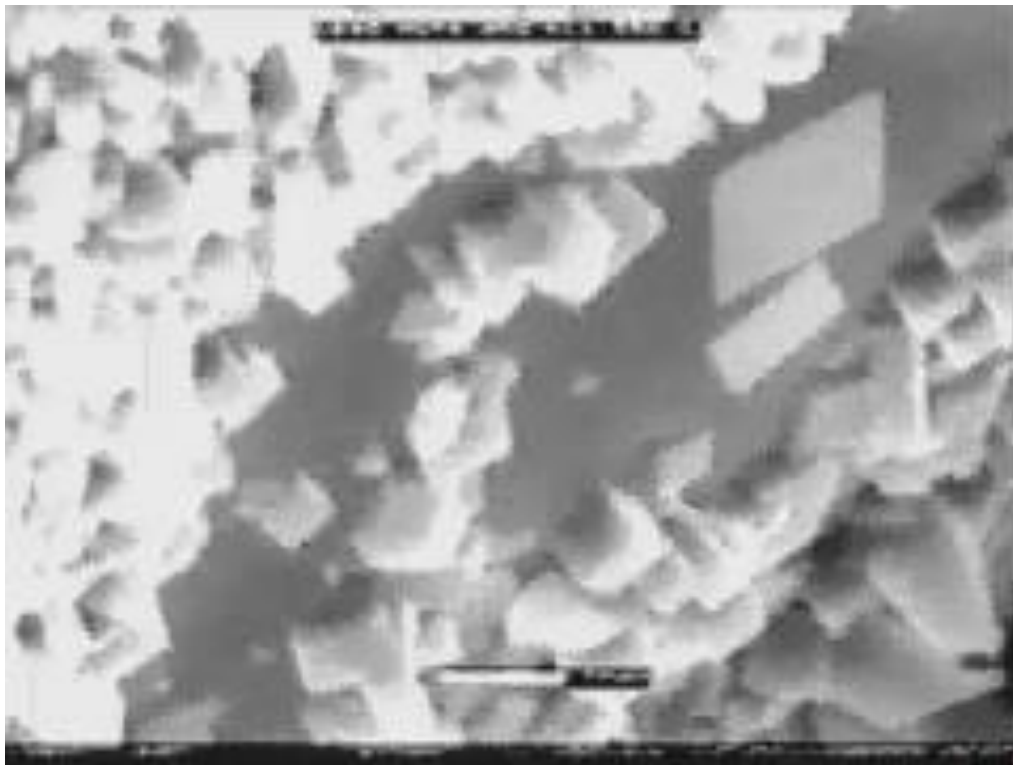


Exemple: réduction-oxydation

- Anode SOFC NiO/YSZ
- Réduction sous atmosphère réductrice
- Oxydation sous oxygène

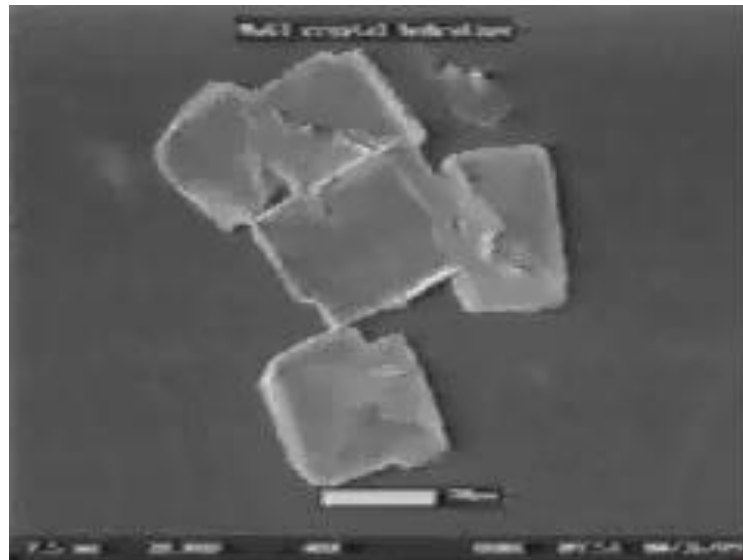


Exemple: Transition de phases



- Croissance de cristaux de KCl à 600°C
- *In situ* dans le microscope!

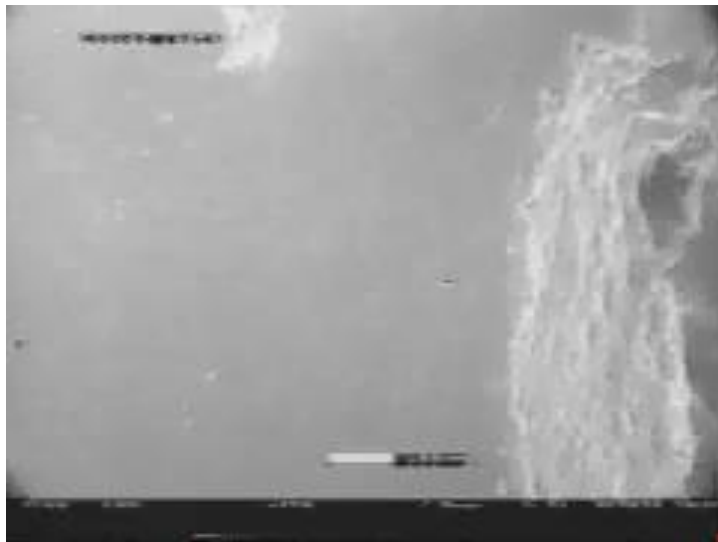
- Dissolution et recroissance de cristaux de sels à 600°C
- La pression de vapeur augmente, l'eau se dépose autour des cristaux et les dissout



Exemple: fractures

Pasta party!

Spaghetti cuit, ESEM



Spaghetti cru, ESEM



Ce qu'il faut retenir...

- Système de vide différentiel
- Diffusion du faisceau et influence sur le courant et l'image
- Détection des électrons
- Applications (neutralisation de charge, échantillons hydratés, réactions in situ...)

