

TP de Microscopie

Microscope électronique à balayage

1 Introduction

Ce travail pratique a pour but de familiariser l'étudiant au microscope électronique à balayage (ou SEM pour Scanning Electron Microscope).

La première partie se concentrera sur le fonctionnement du microscope : composants, démarrage, réglages de base, obtention d'une image.

La seconde partie traitera plus précisément de l'interaction électrons-matière. Notamment, les différentes réponses que l'on peut obtenir lorsque l'on balaye un faisceau d'électrons à la surface d'un échantillon (électrons secondaires / Secondary Electrons SE, électrons rétro-diffusés / Back Scattered Electrons BSE, émission de rayons X / Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy EDX).

Deux échantillons vont être observés: un filament d'ampoule (tungstène) et un échantillon multi-filament de supraconducteur.

2 Rapport

Une fois les deux parties effectuées, l'étudiant aura vu les fonctionnements de base et les interactions principales d'un microscope électronique à balayage. Après avoir répondu aux questions des deux parties, un rapport scientifique sera demandé sur la seconde partie (sections 4.2 et 4.3). Il s'agira d'étudier les phases intermétalliques dans le supraconducteur par l'intermédiaire d'observations BSE et EDX. Le rapport se fera par groupe de 3 - 4 personnes et sera à rendre deux semaines après la séance. Il devra avoir la structure suivante :

1. Noms et prénoms des membres du groupe.
2. Introduction (contexte, problématique, présentation de l'échantillon).
3. Réponses aux questions des deux parties avec images.
4. Présentation des résultats de la deuxième partie (images et spectres).
5. Interprétation et discussion.
6. Conclusion.

Il ne sert à rien de recopier la théorie, soyez brefs mais précis !

3 Premier partie: Fonctionnement d'un SEM

Lors de la première séance, un filament de W va être observé. La marche à suivre ci-après permet de se familiariser avec un microscope électronique à balayage.

3.1 Marche à suivre

3.1.1 Mise enplace

1. Mettez des gants et ouvrez la chambre de sas pour placer le porte-échantillon contenant les supports.
Pourquoi parle-t-on de "balayage" ?
Pourquoi doit-on utiliser des gants ?
Dessinez schématiquement un SEM. Le schéma doit montrer la position des lentilles (condenseur et objective), de l'échantillon, du système de balayage, de la source (Shottky), du diaphragme objectif et des détecteurs (SE et BSE).
2. Fermez la chambre de sas et démarrez la pompe à vide en cliquant sur le bouton **Store**.
Quelle est l'utilité du vide dans un microscope électronique ?
3. Pressez le bouton **Exchange**. Quand la vanne s'ouvre, transférez le porte-échantillon vers le sas au moyen de la tige et détachez le porte-échantillon de la tige. Ramenez la tige de sas et pressez le bouton **Resume**.

3.1.2 Enclenchement et positionnement

Echantillon filament W, HT 10kV, 1nA/ 60µm Aperture.

1. Démarrez la haute tension **EHT On**.
2. Modifiez le contraste et l'intensité pour obtenir un contraste à l'écran.
Décrivez la barre d'information située au bas de celui-ci. Quelles informations pouvez-vous voir ?
3. Focalisez l'image.
Sur quel élément du microscope opère la focalisation ?
4. Déplacez la platine à l'aide de la souris afin de trouver le premier échantillon (filament de W). Utilisez la camera CCD pour vous situer.

3.1.3 Alignement de la colonne

1. Une fois l'échantillon situé, augmentez le grandissement jusqu'à 1000X.
2. Focalisez et observez la distance de travail (WD) et le z de la platine.
Positionnez l'échantillon à WD ~ 5mm.
3. Centrez le diaphragme et focalisez.
4. Réglez l'astigmatisme en x et en y.
5. Augmentez le grandissement à 3000X et alignez (focalisation + astigmatisme) à nouveau.

3.2 Observation des échantillons

3.2.1 Rapport signal sur bruit

1. Une fois la colonne alignée, repassez à 500X et gélez l'image.
Pourquoi l'image est-elle bruitée ? Comment diminuer ce bruit ? (deux possibilités)
2. Reprenez l'image avec un meilleur rapport signal/bruit.

3.2.2 Profondeur de champ

1. Alignez le microscope pour obtenir une image à 500X.
Sur quel plan l'image est-elle focalisée ?
Comment augmenter/diminuer la profondeur de champ ? (deux paramètres possibles)
2. Faites une image avec une profondeur de champ différente.

3.2.3 Tension d'accélération

1. Augmentez la tension d'accélération à 20 kV (1nA/ 60µm Aperture), alignez et prenez une image à 5000X.
2. Diminuez la tension à 3 kV.
Comparez les deux images et expliquez les différences. Quel est le gain d'information avec une tension plus faible ?

3.2.4 Détecteurs "SE"

1. Utilisez une tension de ~5 kV et les détecteurs du type «Everhardt-Thornley» (HE-SE) et In-lens pour détecter les électrons secondaires.
Quel est la différence entre les détecteurs par rapport au contraste de topographie etc. ?

4 Deuxième partie : Interactions électronmatière

Pour la partie suivante, l'échantillon multi-filament de supraconducteurs (poli) sera étudié.

4.1 Questions théoriques

1. Dessiner les interactions entre un électron incident et un atome de l'échantillon à analyser, selon le modèle de Bohr (modèle de type planétaire). Considérer principalement les interactions dont résultent l'émission d'électrons secondaires (SE : Secondary Electrons), d'électrons rétrodiffusés (BSE : BackScattered Electrons), de rayons X caractéristiques (EDX : Energy Dispersive X-ray), d'électrons Auger et le rayonnement continu de freinage (Bremsstrahlung).
2. Donner l'ordre de grandeur des énergies des rayonnements provenant des interactions entre le faisceau incident et l'échantillon (SE, BSE, Auger, Rayon-X caractéristiques).
3. Dessiner le volume d'interaction du faisceau d'électrons incidents dans l'échantillon. Localiser la provenance des électrons SE₁, SE₂, SE₃, BSE, Auger et des rayons-X. Expliquer la raison des différences de forme et de taille.
4. Comment varie la taille du volume d'interaction avec la densité des éléments contenus

dans l'échantillon ? Comment varie la taille du volume d'interaction avec la tension d'accélération ?

5. Quelle est l'influence du numéro atomique sur la proportion d'électrons BSE et SE sortants de l'échantillon ?

4.2 Contrastes chimiques avec le détecteur BSE

Dans cette partie-ci, les images obtenues avec le détecteur BSE (EsB) seront utilisées pour une étude qualitative de la composition de l'échantillon.

1. Utilisez une tension de ~3 kV et un détecteur SE, alignez le microscope. Sauvegardez une image avec le détecteur SE.
2. Utilisez le détecteur EsB (dans la colonne) pour obtenir un contraste de phase, ajustez le contraste pour obtenir une image de la même zone.

Expliquez les différents contrastes entre ces deux images. Quelle information principale obtient-on avec un détecteur SE ? Et avec un détecteur BSE ? Pourquoi ?

4.3 Microanalyse chimiques par EDX

Dans cette partie, une analyse chimique par EDX permettra une étude plus quantitative de la composition des différentes phases.

1. Brève introduction théorique sur l'EDX. Une théorie détaillée sera donnée en cours.
2. *Sur la base des explications, déterminer la tension d'accélération à utiliser ?*
3. *Comment marche le détecteur EDX ?*
4. Obtention d'un premier spectre. Réglage de l'intensité de la sonde pour obtenir un signal suffisant.
5. *Quel réglage utilise-t-on pour changer le courant de sonde ?*
6. Faire des cartes de « élémentaires » sur une zone de plusieurs filaments.
7. Optimiser les conditions pour obtenir une bonne résolution spatiale sur un seul filament. Quel est la tension optimale ?
8. Faire un spectre sur chaque phase principale observée avec le détecteur BSE. Quantifier les différents spectres obtenus.