

TP Microscopie

Microscope électronique à transmission (TEM)

1 Objectifs du TP

L'objectif de ce travail pratique est de se familiariser avec un microscope électronique à transmission afin d'en comprendre le fonctionnement et ses champs d'application. Les fonctions de base, à savoir les modes image et diffraction, seront passées en revue en étudiant deux échantillons différents (une poudre cristalline et une lame TEM d'un échantillon multi-couches).

Un rapport final par groupe doit être rendu au maximum deux semaines après la séance pratique.

2 Questions théoriques

1. *Décrivez brièvement un microscope électronique à transmission (principe de fonctionnement, différences avec un SEM, champs d'application, limitations, etc.)*
2. Modes de fonctionnement d'un TEM.
Décrivez les modes d'utilisation d'un TEM et dessinez les schémas des rayons pour les différents modes:
 - *Mode images vs mode diffraction*
 - *Champs clair (Bright field, BF) vs champs sombre (dark field, DF) vs haute-résolution (HR). Pourquoi en mode HR (haute résolution) on ne met pas de diaphragme objectif ?*
3. *Quelle est la différence entre les modes SAED et CBED?*

3 Partie expérimentale

3.1 Partie 1 : Analyse d'une poudre

Le premier échantillon observé sera une poudre cristalline de BaTiO_3 dispersée sur un film de carbone sur une grille en cuivre. Les éléments suivants seront passés:

1. Préparation d'un échantillon TEM à partir d'une poudre de BaTiO_3
Pourquoi une étape de dispersion est-elle nécessaire ? Quelles sont les techniques qu'on peut utiliser pour disperser la poudre sur la grille TEM ? Quelles sont les limitations sur les dimensions d'un échantillon TEM ?
2. Contrôle de la hauteur de l'échantillon.
Par rapport à quel plan aligne-t-on l'échantillon ?
3. Contraste de l'image, franges de Fresnel, délocalisation et astigmatisme.
*En quoi les franges de Fresnel sont-elles utiles ?
D'où vient l'astigmatisme ? Comment est-il corrigé ?
Quelles sont les autres facteurs qui limitent la résolution d'un TEM ?*

4. Changements de l'agrandissement.

À quoi faut-il faire attention lorsqu'on change l'agrandissement ?

5. Modes image et diffraction.

Quel est le plan projeté lorsqu'on est en mode image? Et lorsqu'on est en mode diffraction ?

6. Diaphragmes objectif, condenseur et de sélection d'aire.

Dans quel plan se trouve le diaphragme de sélection d'aire ? Et le diaphragme objectif ? Quel est l'avantage d'utiliser un diaphragme objectif (i.e. de travailler en mode champ clair (Bright Field, BF))?

3.2 Partie 2: Échantillon multi-couches

Le deuxième échantillon observé est une lame TEM d'un échantillon composé de différentes couches : Si monocristallin/Si polycristallin/ITO (Indium Tin Oxyde). En plus des éléments déjà traités lors la première partie du TP, les éléments suivants seront traités :

1. Préparation d'une lame TEM par FIB (Focused Ion Beam)
Pourquoi une couche de carbone est-elle déposée? En quoi est-elle utile pour les alignements dans le TEM ?
2. Diffraction avec le diaphragme de sélection d'aire (SA).
Le faisceau d'électrons est-il parallèle ou focalisé en SAED ? Qu'est-ce qu'on peut dire des couches qui forment l'échantillon ?
On utilise un diaphragme de sélection d'aire de la même taille des couches de ITO et de silicium polycristallin. Si on place le diaphragme proche de l'interface entre le silicium monocristallin et le silicium polycristallin, ainsi que proche de l'interface entre le carbone et l'ITO, on observe quel phénomène ? Pourquoi ?
3. Diffraction sur un axe de zones.
Comment peut-on orienter l'échantillon selon un axe de zone ?
Quelles informations peut-on déterminer avec une telle diffraction ?
À quel phénomène sont dues les lignes de Kikuchi ? Comment sont-elles utiles pour avoir une diffraction selon un axe de zone ? Est-ce qu'on peut les observer partout sur l'échantillon ? Pourquoi ?
Est-il possible d'observer des lignes de Kikuchi pour des nanoparticules de quelques nm ? Justifiez votre réponse.
4. Modes champ clair (*Bright Field, BF*) et champ sombre (*Dark Field, DF*).
Quel diaphragme doit être inséré en mode BF/DF ?
Quelles sont les deux possibilités de travailler en champ sombre ?
Que se passe-t-il lorsqu'un grain est orienté proche d'un axe de zone en mode BF?
5. Acquisition d'images par la caméra CCD/CMOS.
Quels sont les paramètres qu'on peut régler lors de l'acquisition d'une image ?
Comment est-ce qu'on calibre la caméra CCD/CMOS (régler la taille d'un pixel) ?