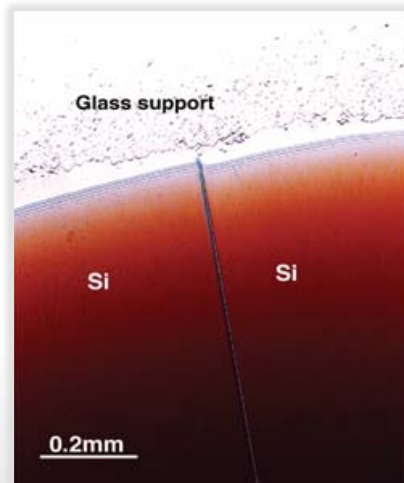


Préparation d'échantillons pour l'observation au Microscope Electronique en Transmission (MET) en Science des Matériaux

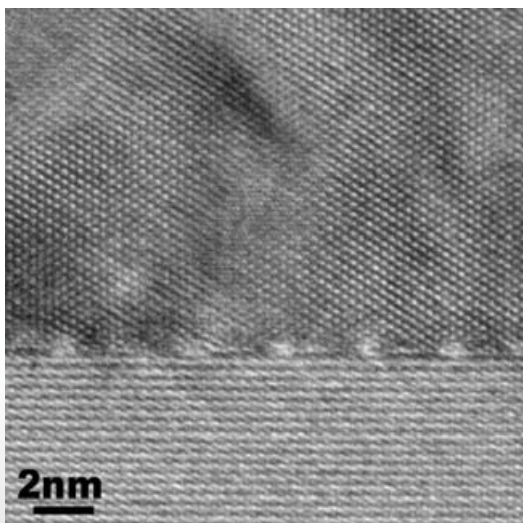
Danièle LAUB, EPFL-SB-CIME, Lausanne CH



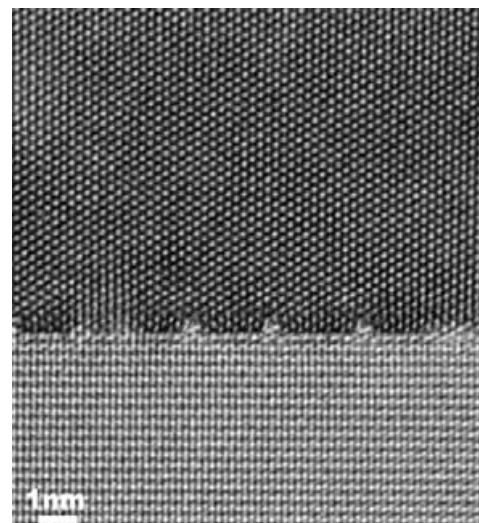
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

1

Pourquoi la préparation est-elle si importante?



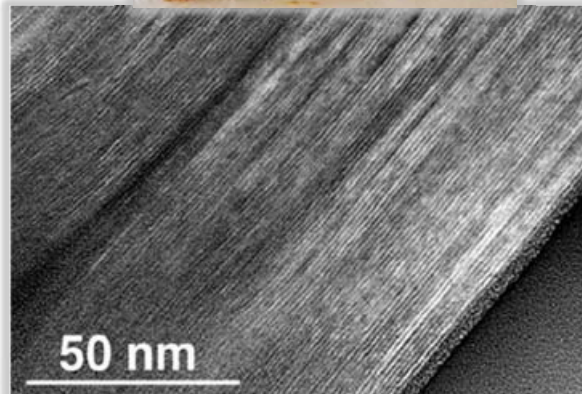
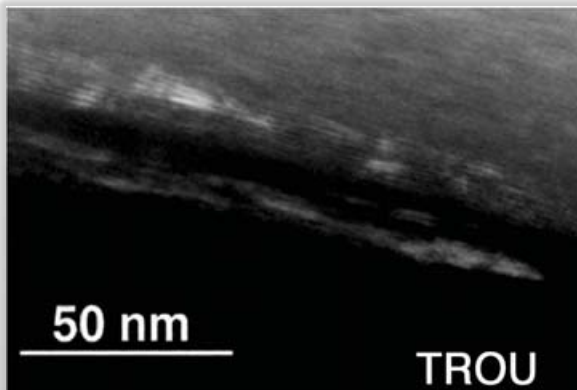
section transverse, axe de zone [0001],
amincissement ionique (>2kV)



section transverse, axe de zone [0001], amincissement
ionique (jusqu'à 100V)

Gatan images

Pourquoi la préparation de l'échantillon est-elle si importante?



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

3

INTRODUCTION

Taille et Épaisseur de l'échantillon:



- **Diamètre impératif: 2,3 ou 3 mm**

- 1) Réduire la taille d'un échantillon massif
- 2) Utiliser un support 2,3 ou 3 mm pour les échantillons plus petits

- **Épaisseur: variable entre environ 20 et 200 nm**

Dépend de:

- 1) la composition chimique du matériau
- 2) du type d'analyse à effectuer (HR, EELS, diffraction, etc.)

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

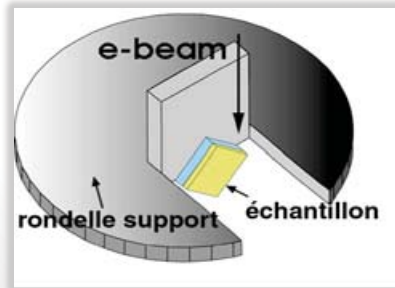
4

INTRODUCTION

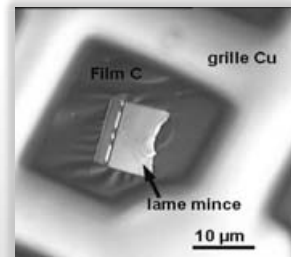
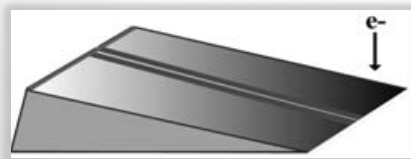
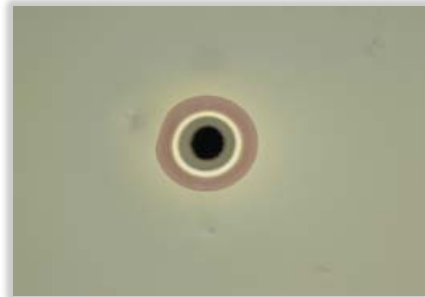
Un échantillon mince, d'accord, mais.....quoi, où, comment ???

Un bord

Toute la lame mince



Un trou



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

5

INTRODUCTION

L'échantillon doit aussi être:

- conducteur électrique
- stable sous vide
- exempt de contaminants hydrocarbures
- ne pas contenir d'artéfacts de préparation qui pourraient conduire à une observation ou à une analyse erronée

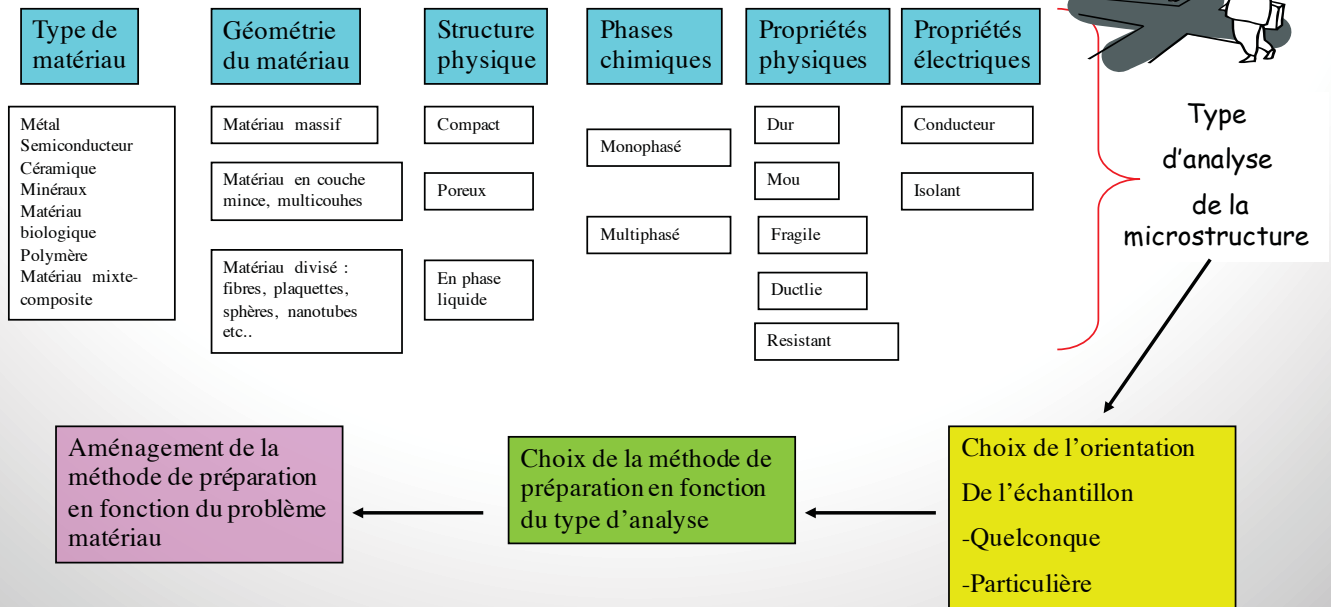
Il sera toutefois impossible de réunir toutes ces conditions. quelle que soit la préparation choisie.

L'échantillon, une fois terminé, doit répondre aux exigences qui permettent l'analyse spécifique à laquelle celui-ci est destiné.

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

6

Démarche à suivre pour choisir le type de préparation en fonction du problème en science des matériaux



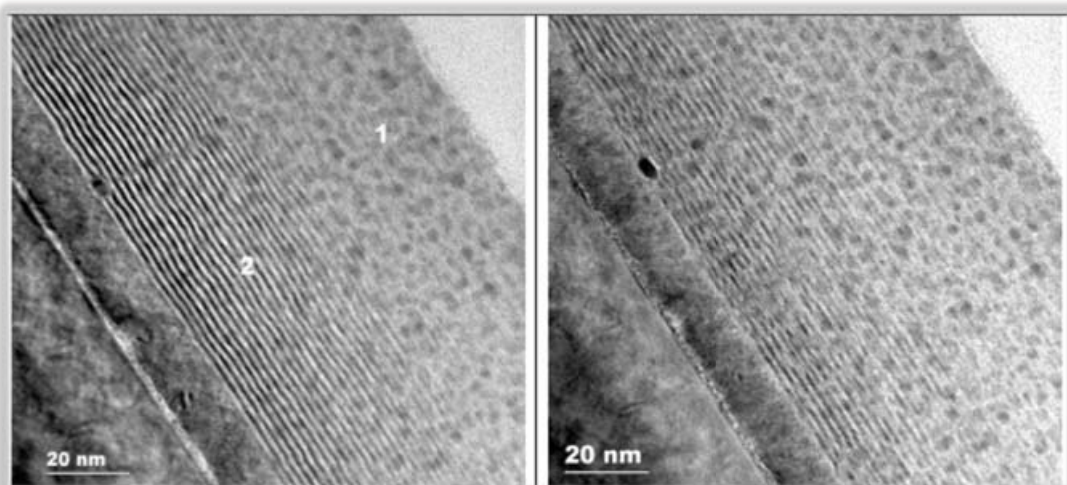
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

7

ARTEFACTS

Ru/Zr/SrTiO_3

Préparation: polissage Tripode + bombardement ionique final

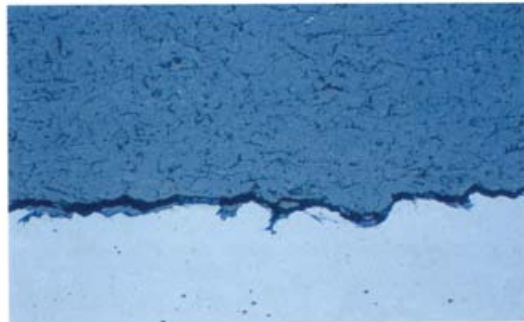


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

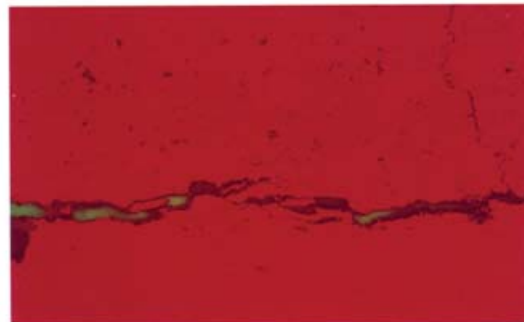
8

Comment observer la vraie structure du matériau?

Fissure entre un revêtement par jet de plasma et le support. Les fissures sont apparues lors du tronçonnage
500x



Echantillon enrobé sous vide dans Epofix et Epodye. La fissure est remplie de teinture fluorescente, prouvant que la fissure se trouvait dans le matériau avant l'enrobage
500x
Lumière fluorescente

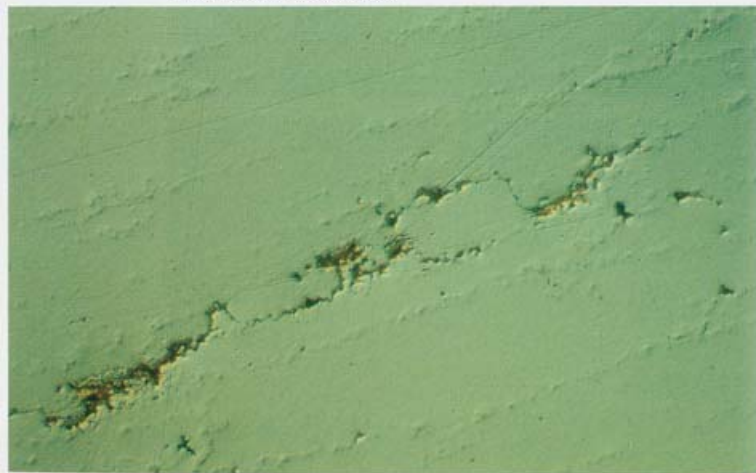


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

9

Comment observer la vraie structure du matériau?

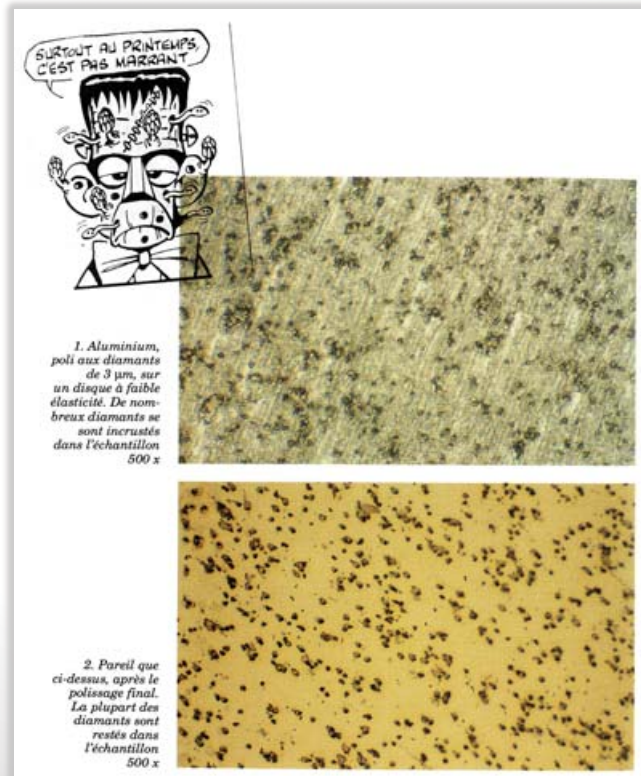
Des inclusions arrachées. Nous pouvons apercevoir les rayures provenant des inclusions arrachées.
500x, contraste interférentiel



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

10

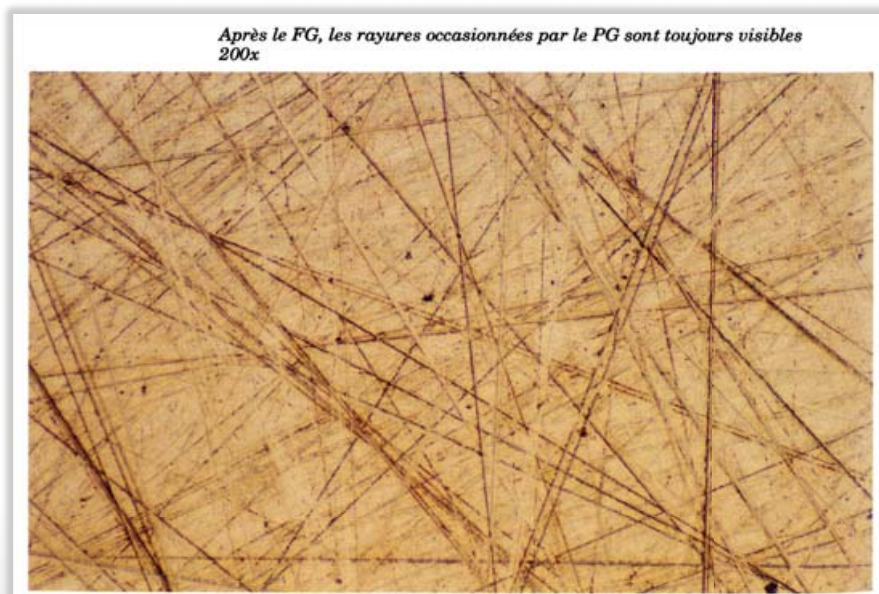
Comment observer la vraie structure du matériau?



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

11

Comment observer la vraie structure du matériau?



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

12

Comment observer la vraie structure du matériau?

Pas de dommages thermiques!

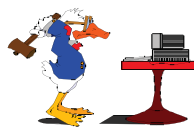


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

13

LES TYPES DE PREPARATIONS:

Mécanique:



- Polissage mécanique jusqu'à transparence aux électrons
- Clivage
- Ultra-microtomie
- Broyage
- Dispersion de particules transparentes aux électrons

Ionique

- Bombardement ionique après polissage, ...
- FIB



Chimique

- Polissage électrolytique
- Polissage ou attaque chimique

Mécanique-physique

- Réplique (directe et indirecte, extractive)

Physique

- Dépôt en lame mince
- etc.

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

14

Matériaux - Formes de préparation - Direction d'observation

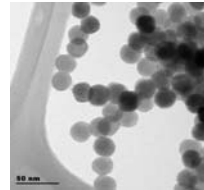
TYPE DE MATERIAUX

- Semiconducteurs
- Métaux
- Polymères
- Minéraux
- Ciments
- Céramiques
- Bois, papier
- Etc.



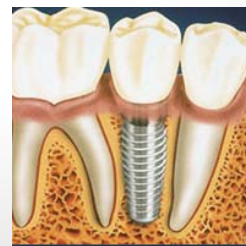
LES FORMES DE PREPARATION:

- Vue plane
 - Coupe transverse
 - Coin
 - Dispersion (poudre)
 - Réplique
- (matériau radioactif, mat. de grande dimension)



LES DIRECTIONS D' OBSERVATION:

- Vue plane
- Section transverse
- Orientation particulière
- Orientation quelconque



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

15

LE BOMBARDEMENT IONIQUE

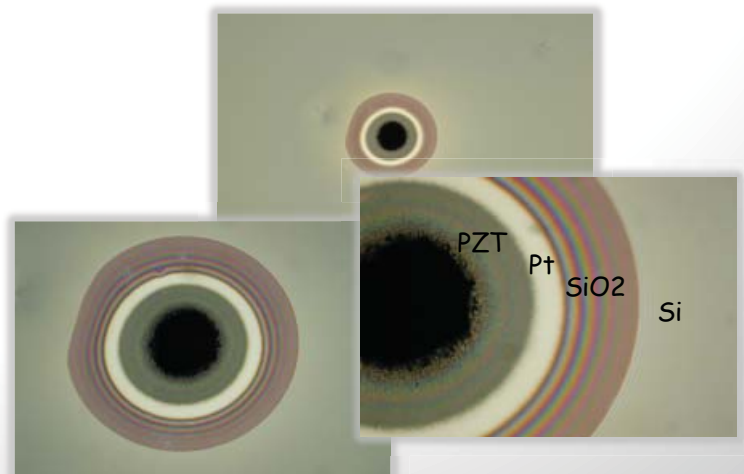
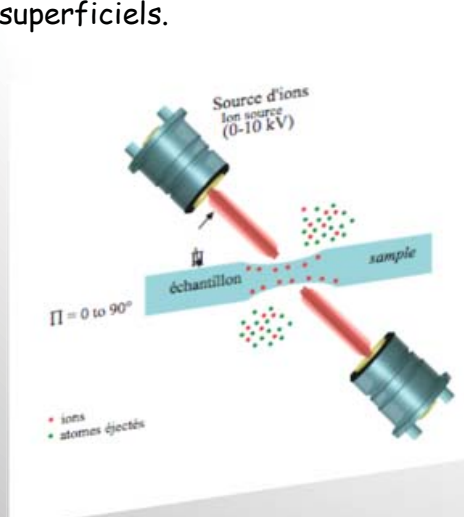
Le principe :

Des ions de quelques kV sont créés par une décharge électrique puis accélérés en un faisceau dont la densité de courant est gaussienne, et finalement dirigés sur la zone à amincir

Gaz utilisés:

Gaz neutres (argon, etc.)

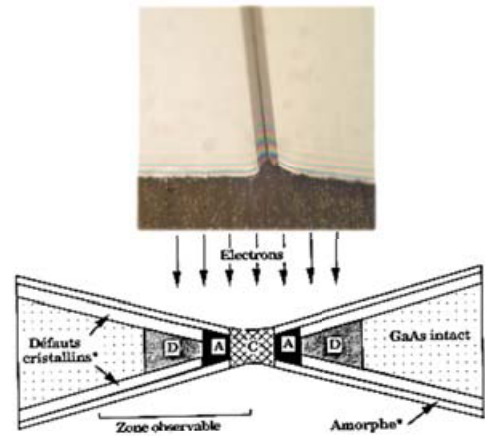
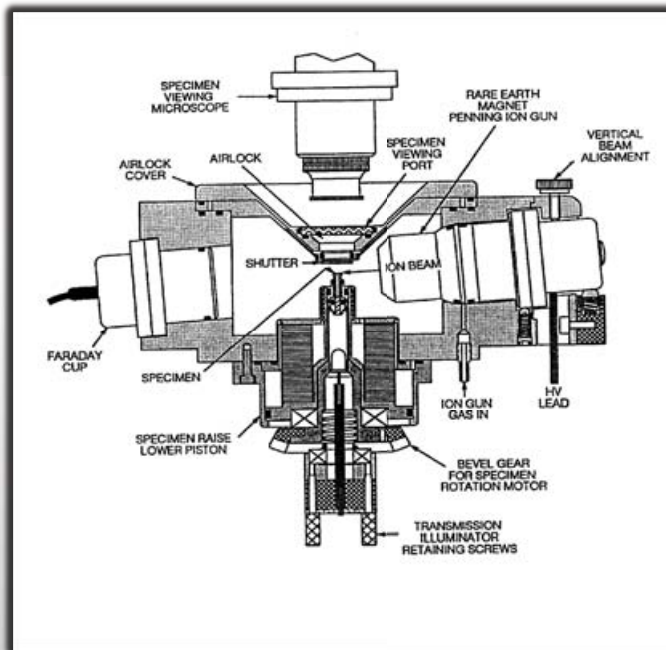
Effet recherché : attaque par destruction du réseau cristallin et éjection des atomes superficiels.



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

16

LE BOMBARDEMENT IONIQUE



COUPE TRANSVERSE APRÈS BOMBARDEMENT IONIQUE

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

17

Artefacts:

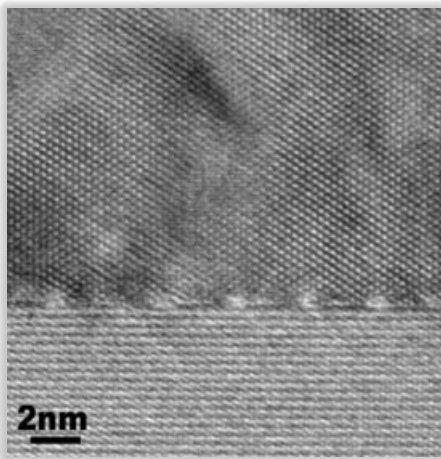
- La création d'une rugosité de l'échantillon. L'épaisseur n'est alors plus constante.
- La création d'une couche amorphe sur la surface de l'objet qui va diminuer le contraste de l'image en MET et perturber l'observation en haute résolution.
- L'implantation de ions d'argon à l'intérieur du cristal
- Parfois une décomposition du matériau ou un changement de stoechiométrie.
- Une attaque préférentielle aux interfaces, d'une phase particulière ou de grains orientés différemment.
- Une éventuelle transformation de phase due à l'élévation de la température de l'échantillon.

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

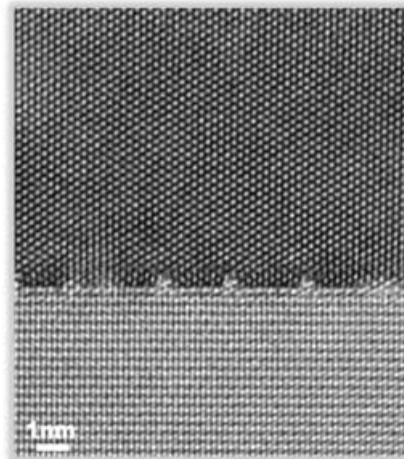
18

Limitation des effets non désirés:

- Abaissement de la température de l'échantillon (azote liquide)
- Utilisation d'une tension plus faible
- Abaissement de l'angle d'incidence des canons



section transverse, axe de zone [0001],
amincissement ionique (2kV)



section transverse, axe de zone [0001],
amincissement ionique (jusqu'à 100V)

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

19

Les différentes techniques

DISPERSION DE NANOPARTICULES TRANSPARENTES AUX ÉLECTRONS

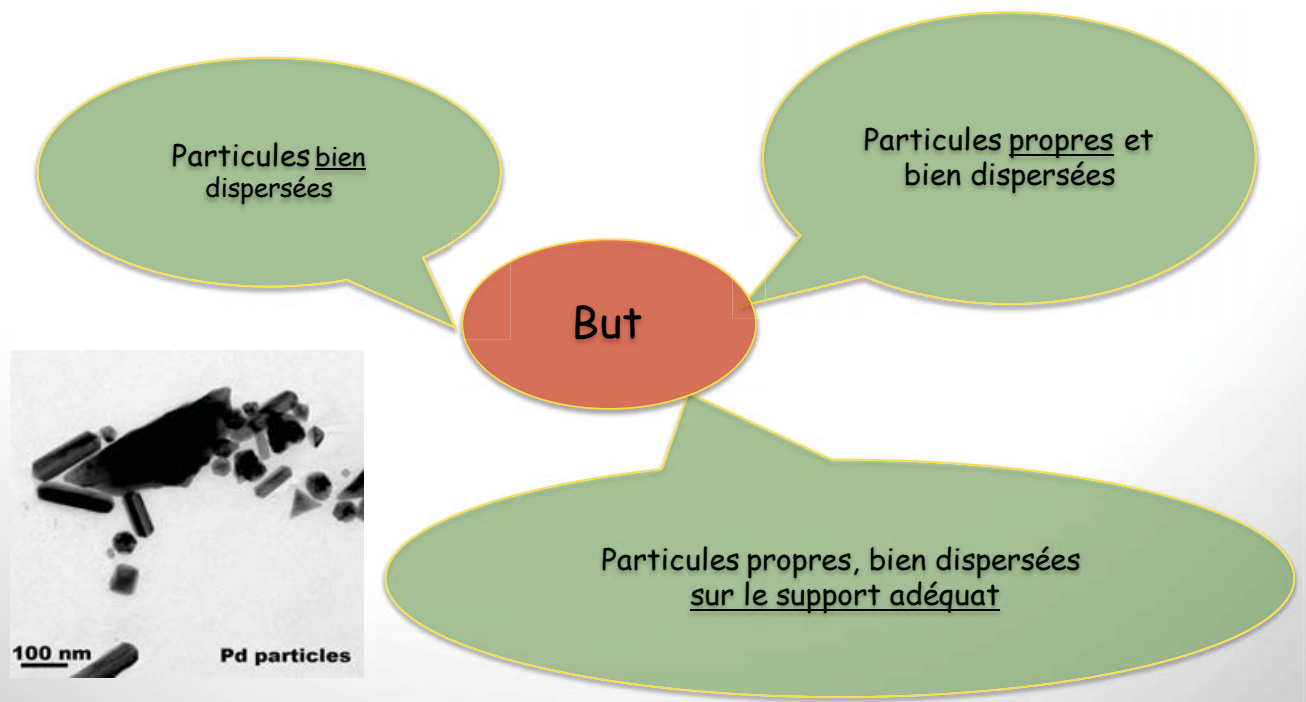
Direction d'observation: aléatoire

Observations:

- Taille et forme des particules
- HRTEM
- Diffraction
- Analyses EDX
- ...

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

20



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

21

Images MET

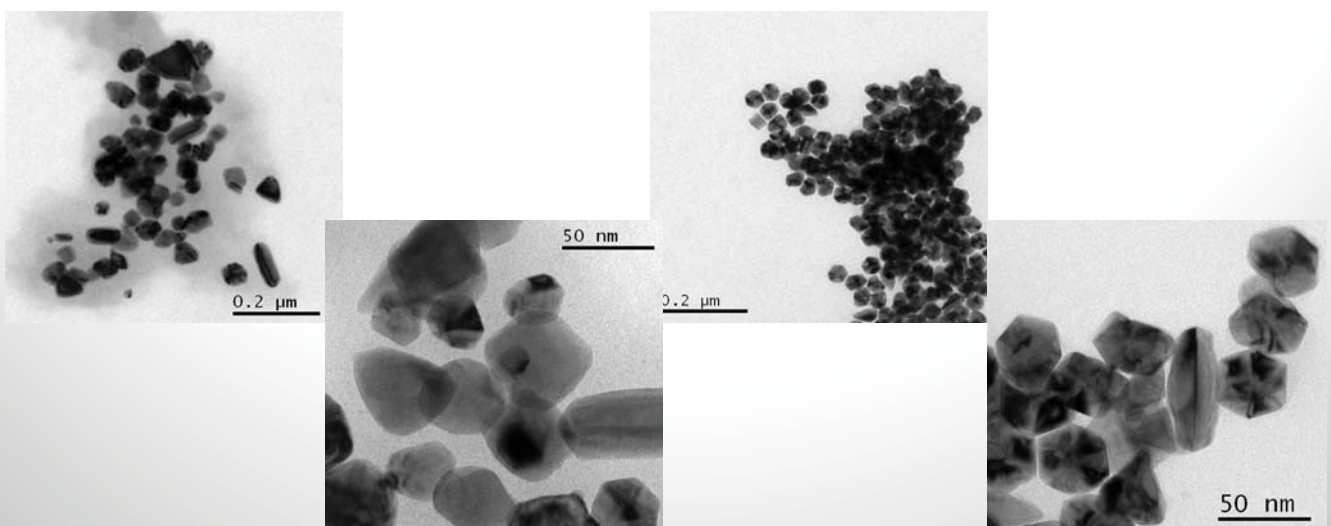
Présence de molécules involatiles ou d'espèces inorganiques



Réduction du contraste



Réduction de la qualité d'image



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

22

Les propriétés d'un matériau conventionnel changent lorsqu'il est formé de nanoparticules



Les nanoparticules ont une plus grande zone de surface par poids que de plus grandes particules



Plus réactives à d'autres molécules

Quelques exemples

- Lunettes inrayables
- Peintures résistantes à la fissure
- Vernis de protection anti-graffitis
- Panneaux solaires transparents
- Tissus antitaches
- Fenêtres auto-nettoyantes
- Vêtements anti-bactériens (sic!)
- Revêtements céramique pour les cellules solaires

Médecine:

- o Antioxydant
- o Transporteur de vaccin
- o Augmenter la croissance osseuse autour des implants dentaires
- o Peau synthétique (nickel nano + polymère)

Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

23

Travaux avec des nanoparticules ou nanofibres: Règle de sécurité n°1 : préparation sous chapelle !



Vraiment pas nécessaire !



Pas nécessaire, mais si vous voulez...

Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015



Absolument nécessaire !

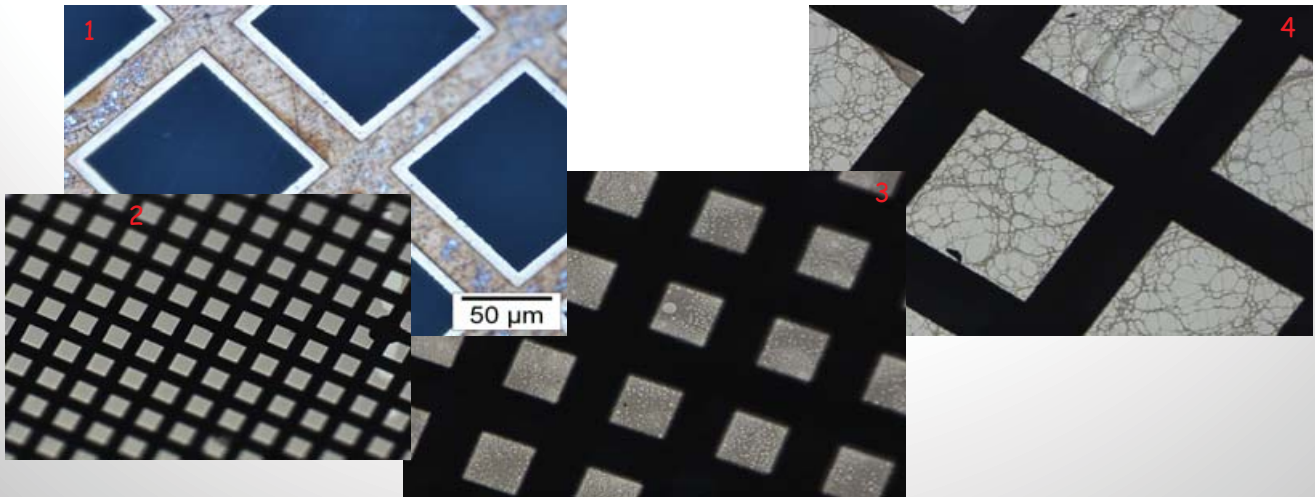
24

Sélection de la grille support adaptée



Dépend de l'analyse à effectuer et de la taille des particules

- Standard carbon coated grid (C thickness 25-40 nm) **1**
- Ultrathin carbon film (4-5 nm) **2**
- Holey carbon film with ultrathin carbon windows (5 nm)
- Holey carbon film **3**
- Lacey carbon film **4**
- ...



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

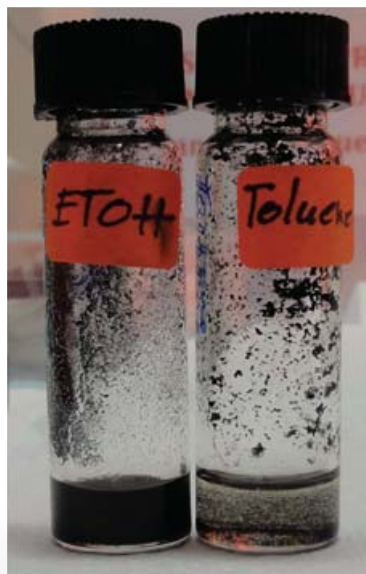
25



L'utilisation de solvant polaire ou apolaire pour disperser les particules

Polaire, apolaire ou égal ?

Ethanol: polaire

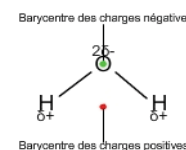


Toluène: apolaire

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

26

L'utilisation de solvant polaire ou apolaire pour disperser les particules



- **Solvants polaire:** deux pôles distincts, de charges opposées. La séparation de ces pôles induit un moment dipolaire dans la molécule, dont la norme est le produit de la distance entre les pôles par la charge. Plus la valeur du moment dipolaire est grande, plus la molécule est polaire (oxygène - hydrogène)
- **Solvant non polaire:** la répartition des charges est symétrique dans la molécule, celle-ci est qualifiée d'apolaire (carbone - hydrogène)

Ultrasons pour disperser les particules



Hielscher
Ultrasonic



Chauffer peut améliorer la dispersion

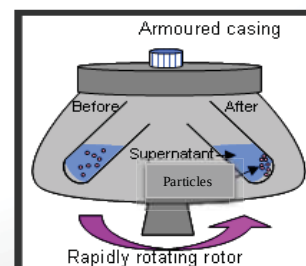
Temps de dispersion: de 1 minute à plusieurs heures

Centrifugation des particules



• Pour les "laver" ou éliminer un solvant inadéquat

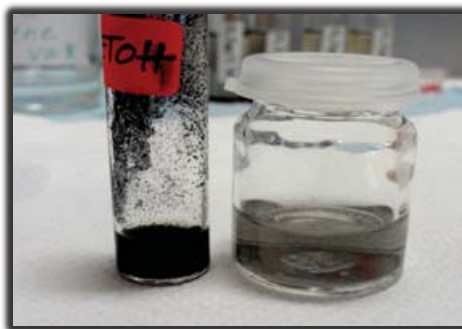
• Pour concentrer les particules en trop petite quantité



Dispersion



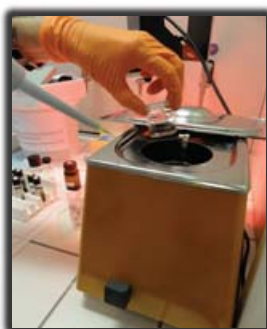
Dilution



Concentration



Ultrasons



Prêt à pipetter



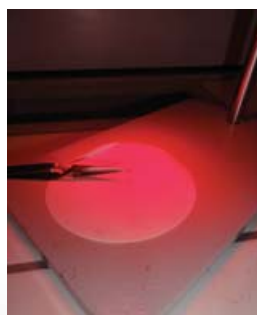
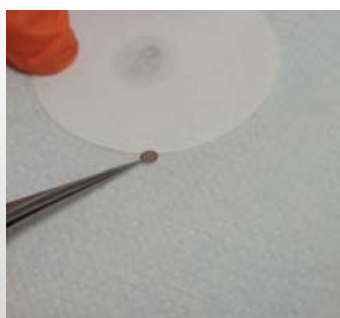
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

29

Dispersion



Une goutte sur la grille: 3 méthodes



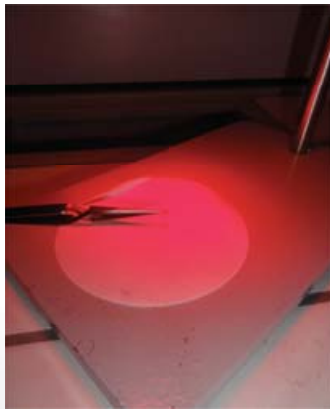
Séchage sous infra-rouge
ou lampe de bureau



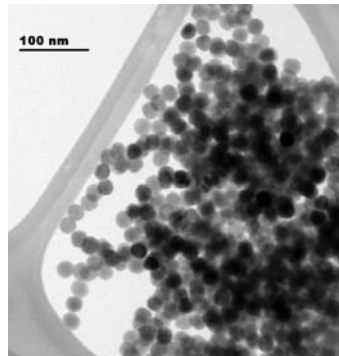
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

30

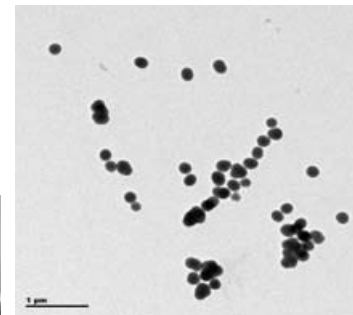
Avant l'observation au TEM



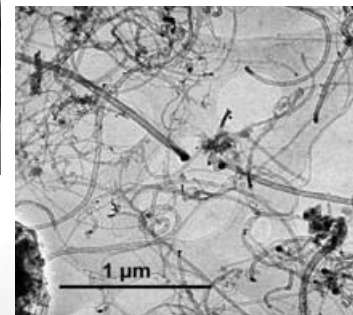
Au moins 1 heure sous infra-rouge
ou lampe de bureau =
élimination de certains hydrocarbures



Au particles



SiO₂-Fe particles



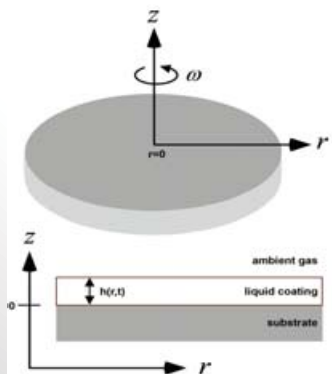
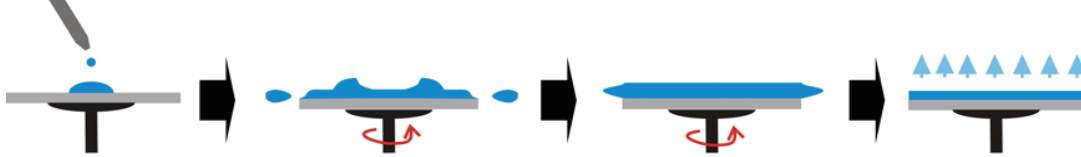
C nanotubes

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

31

Dispersion par Spin coating

Particules + solvant

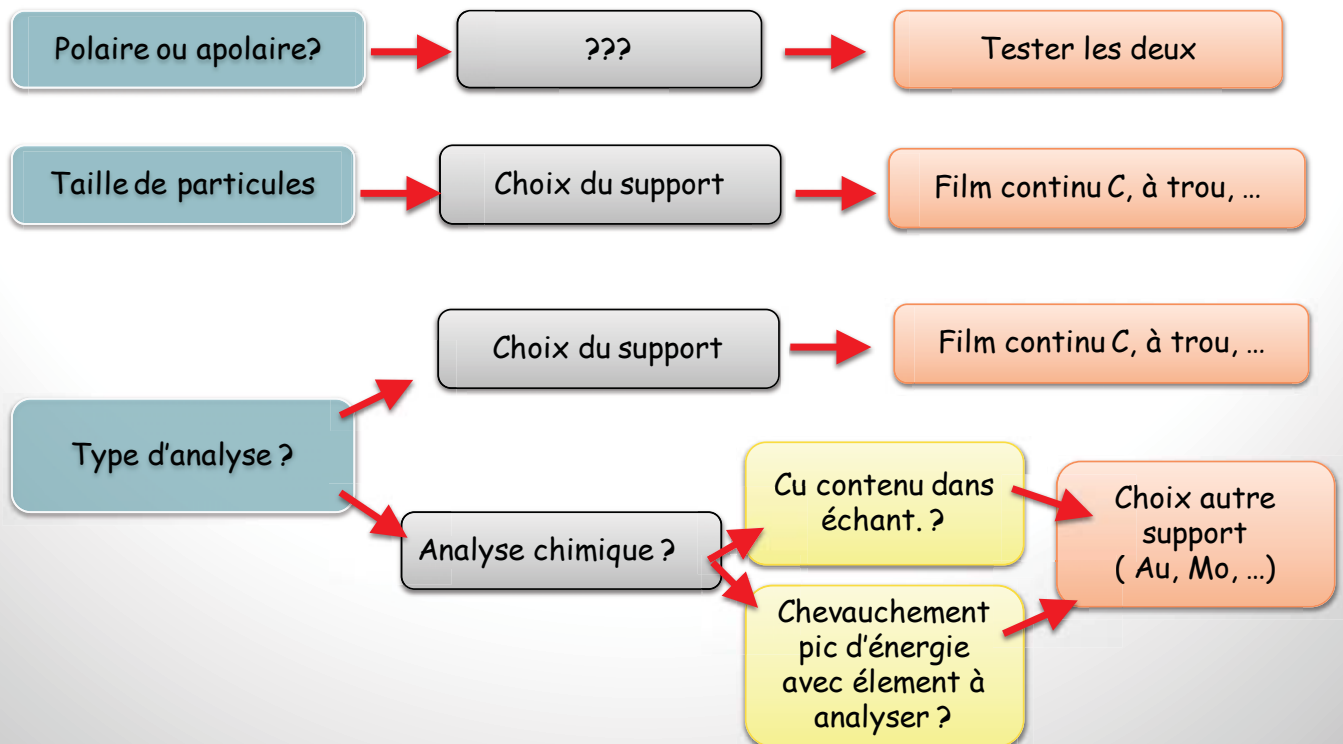


Protection contre
éclaboussures

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

32

Conclusion



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

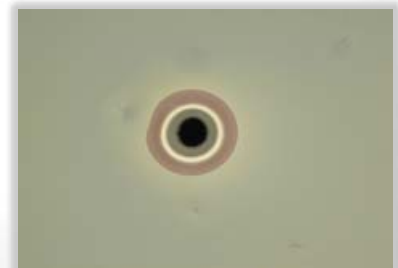
33

LA VUE EN PLAN

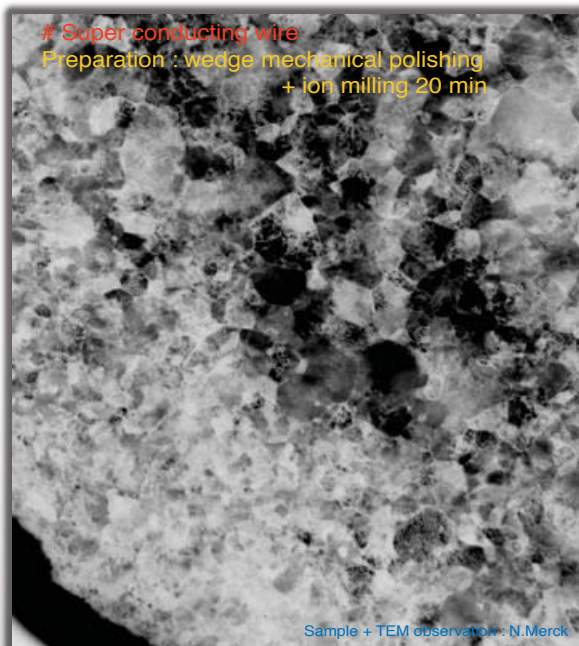
Observation parallèle à l'axe de croissance ou à l'axe préférentiel du matériau.

Observations:

- défauts cristallins
- défauts linéaire (dislocations, ...)
- défauts plans (macles, parois d'antiphase, ...)
- étude des structures et interfaces granulaires
- Précipitation
- etc.



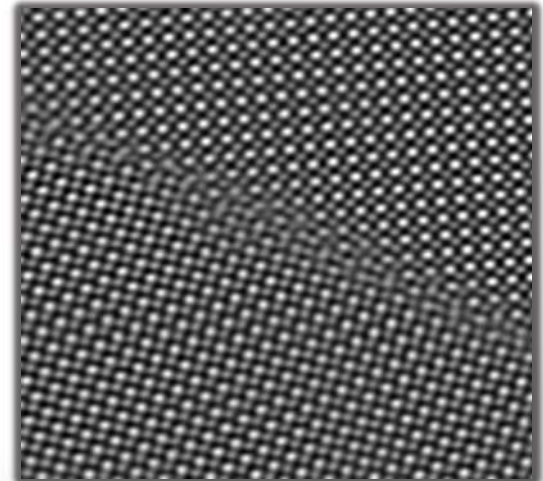
34



Vue planaire d'un échantillon supra-conducteur, observation au MET, image en champ clair

Avantage: grande surface observable

Inconvénient: on ne distingue pas les informations provenant de différentes positions réparties le long de l'axe d'observation



SrTiO₃ joint de grain (J. Ayache)

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

35

Matériaux:
Tous matériaux

Méthodes de préparation:

Dégâts possibles

Prép. mécanique + ionique:

- Introduction de dislocations
- dégâts d'irradiation
- amorphisation des couches de surface
- modification de la composition chimique

Prép. Électrolytique:

- contamination de surface
- attaque préférentielle

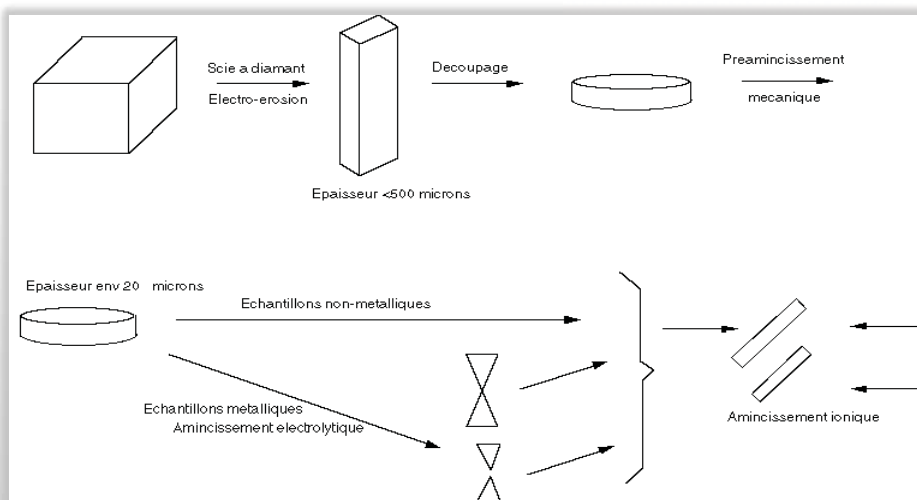


Schéma de la préparation d'une vue en plan

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

36

LA COUPE TRANSVERSE

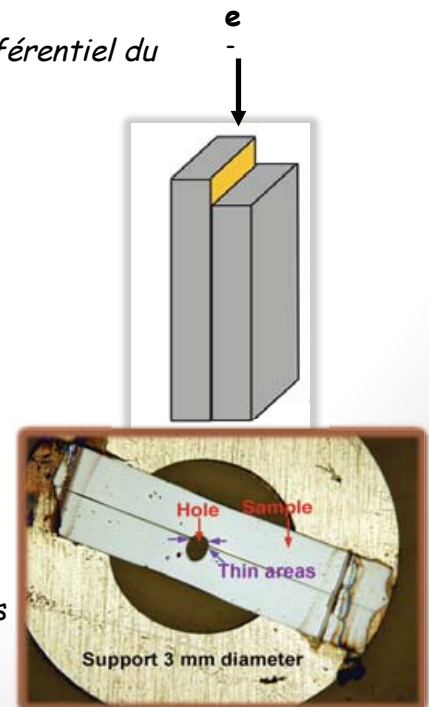
Observation perpendiculaire à l'axe de croissance ou préférentiel du matériau.

Avantage: observation de l'anisotropie le long de l'axe

Inconvénient: petite surface observable

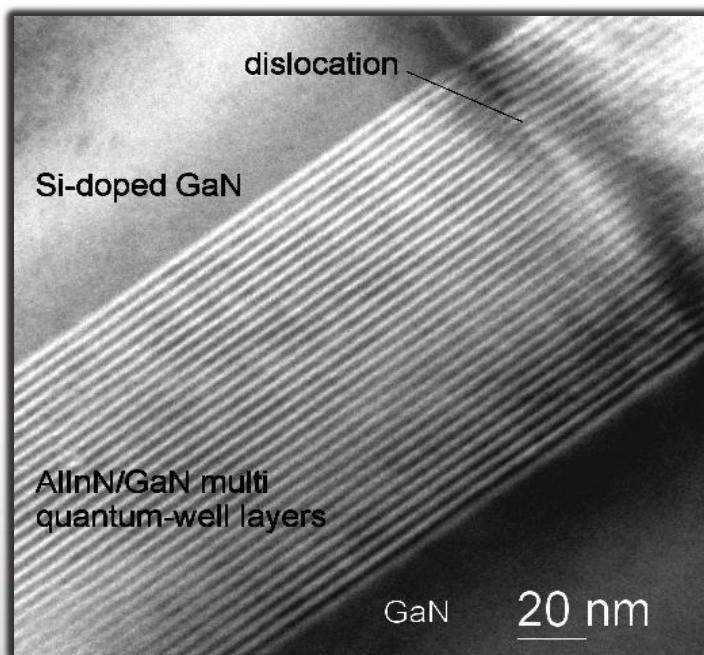
Observations:

- hétérogénéités le long de l'axe préférentiel
- caractérisation de matériaux en couches
- mesure de l'épaisseur des couches
- détermination de la structure des couches et des interfaces

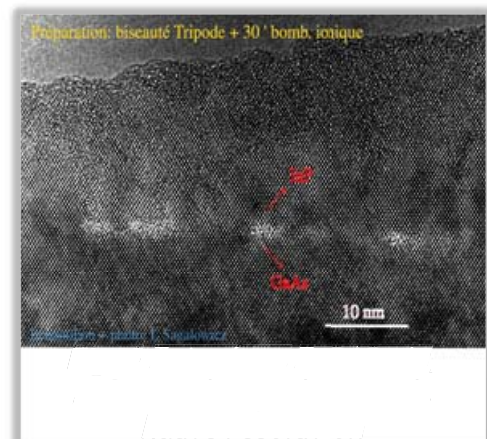


Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

37

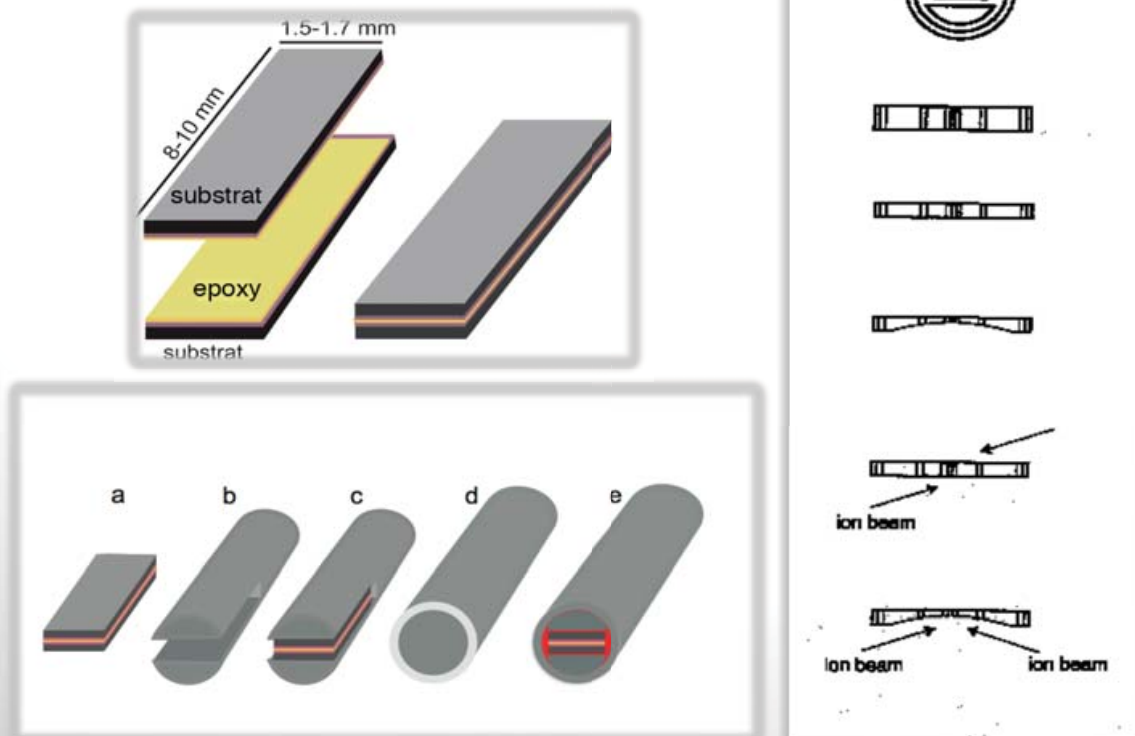


S. Gradechak, EPFL-CiME



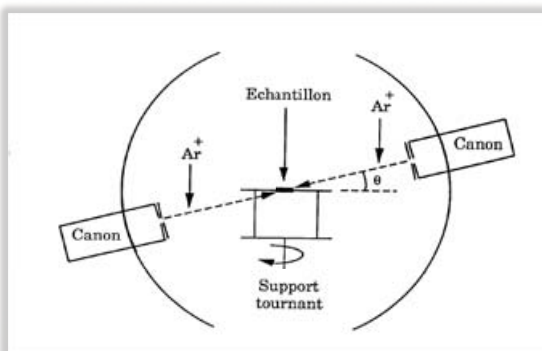
Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

38

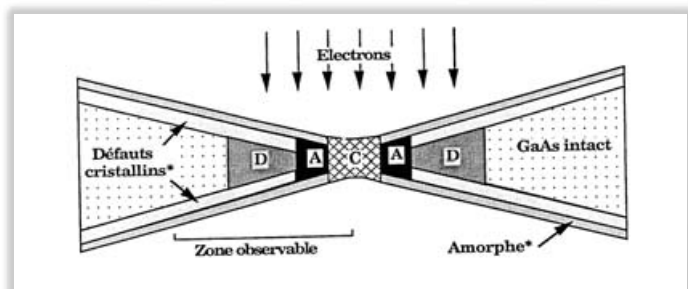
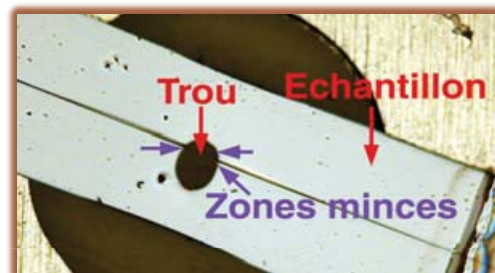


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

39



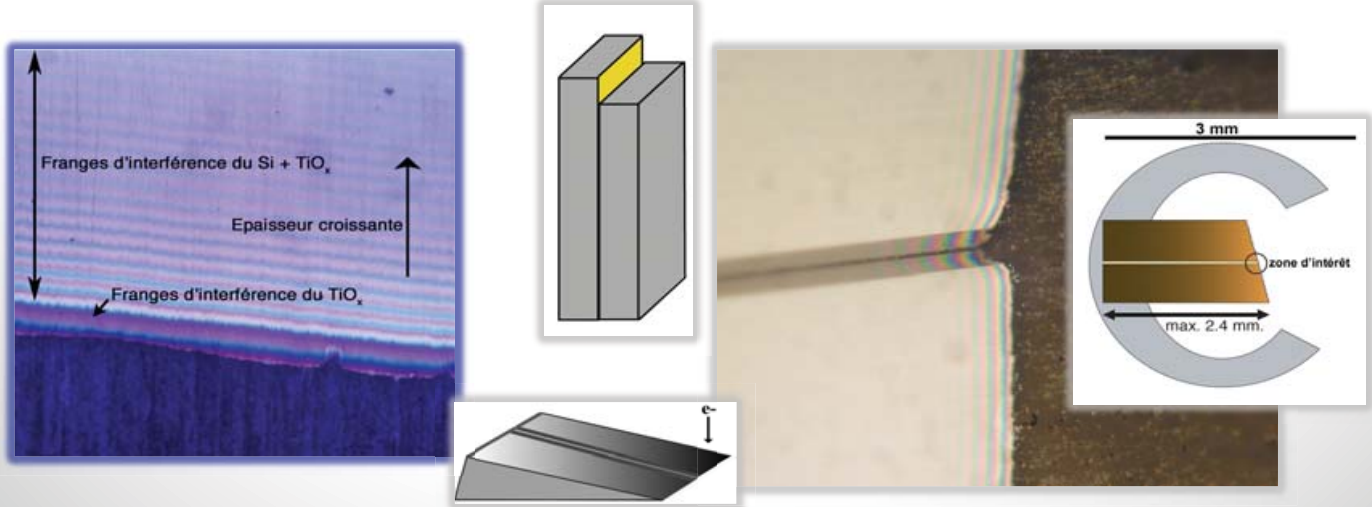
Disposition possible des canons et de l'échantillon dans une installation d'amincissement par bombardement ionique.



Etat d'une coupe transverse après bombardement ionique

40

Permet un amincissement mécanique, en biseau, jusqu' à la transparence aux électrons ou nécessitant très peu de temps de bombardement ionique
Peut-être utilisé pour une vue en plan, une coupe transverse ou une orientation quelconque



TiO_2 / Silicium,
microscope optique, lumière réfléchie

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

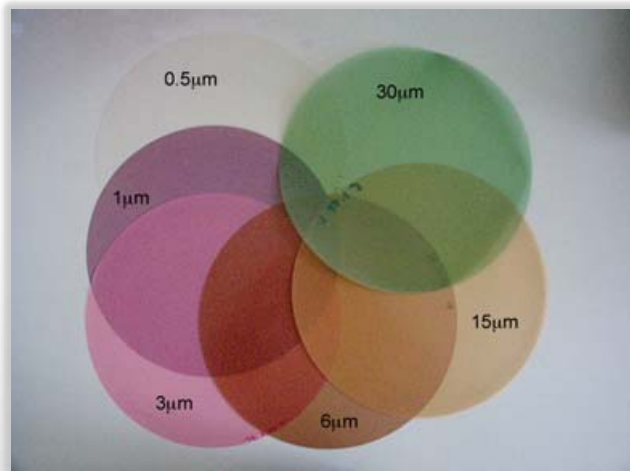
41

L'outil Tripode



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

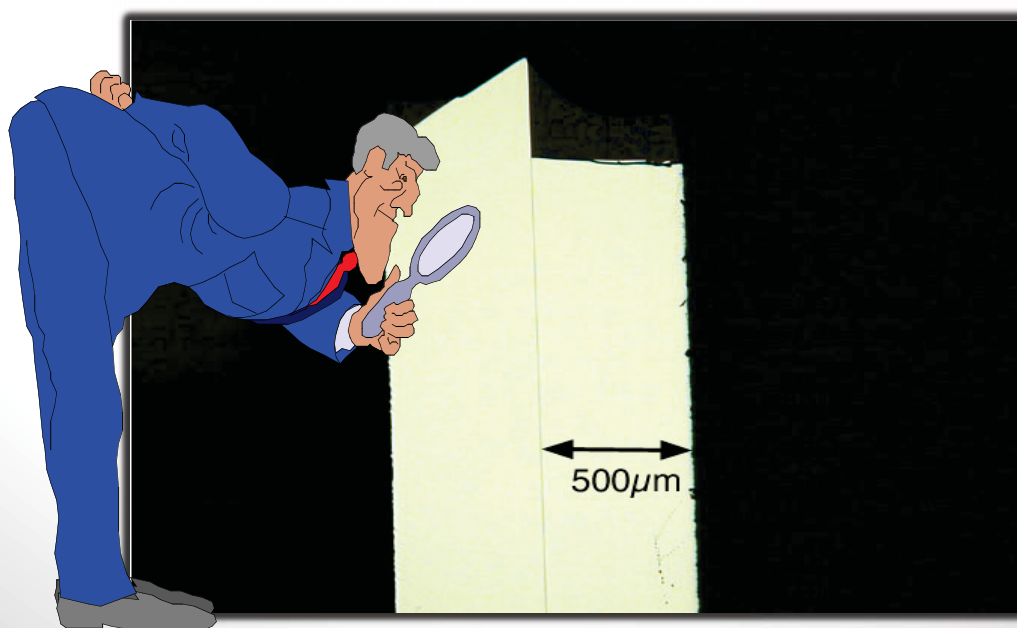
42



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

43

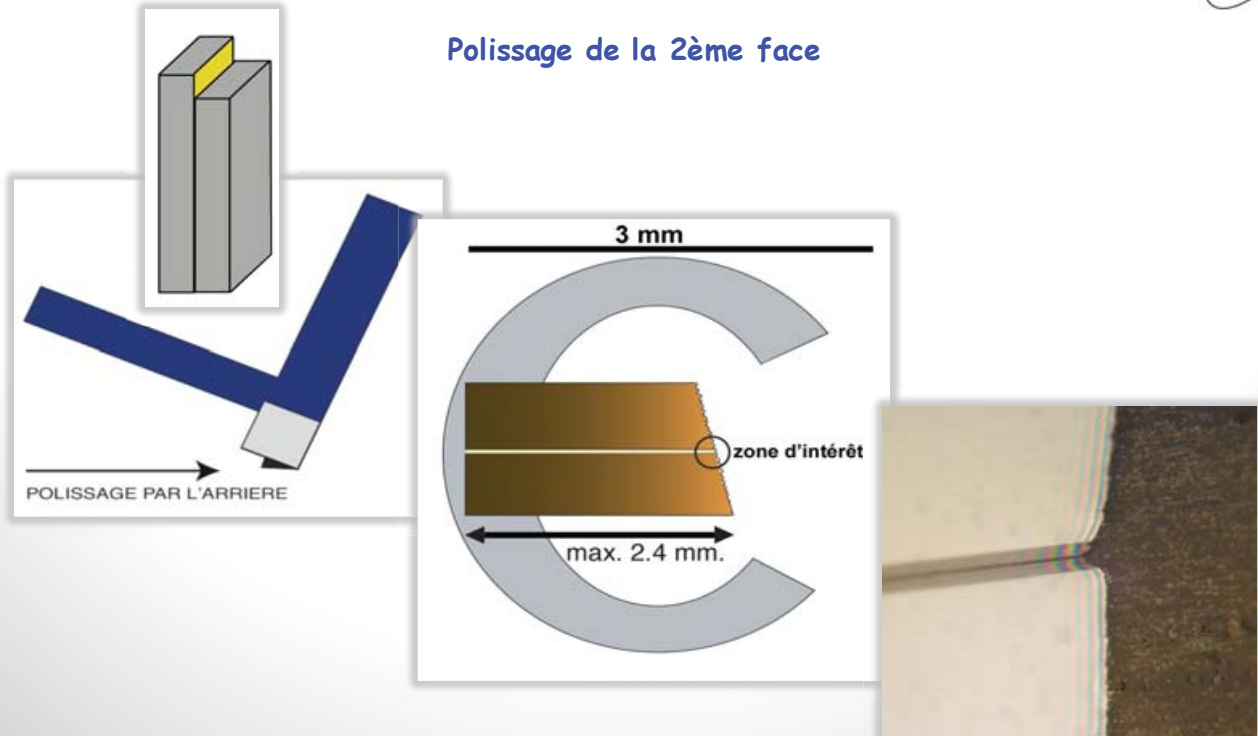
Qualité de surface: poli miroir !!!



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

44

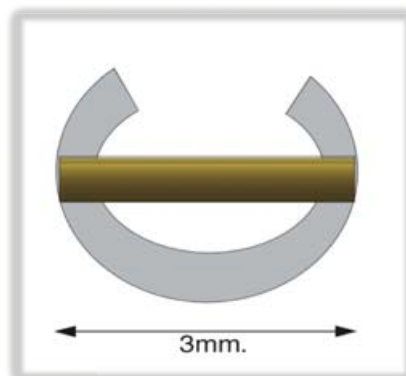
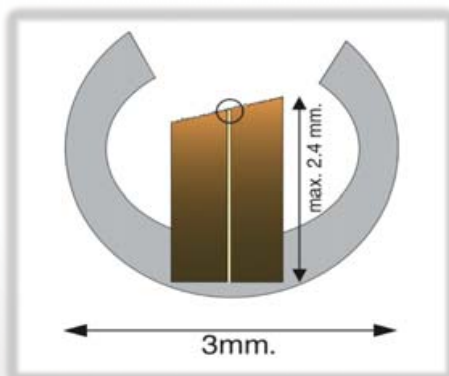
Polissage de la 2ème face



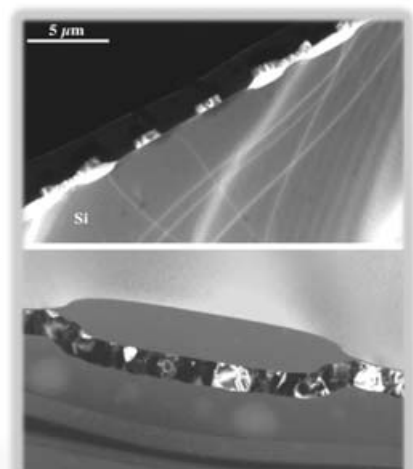
Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

45

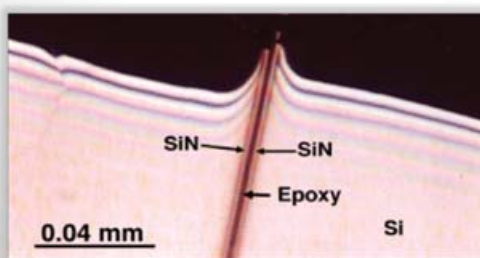
Comment choisir la bonne orientation de préparation ?



- Grande région observable
- Difficile à préparer



MET, champ clair

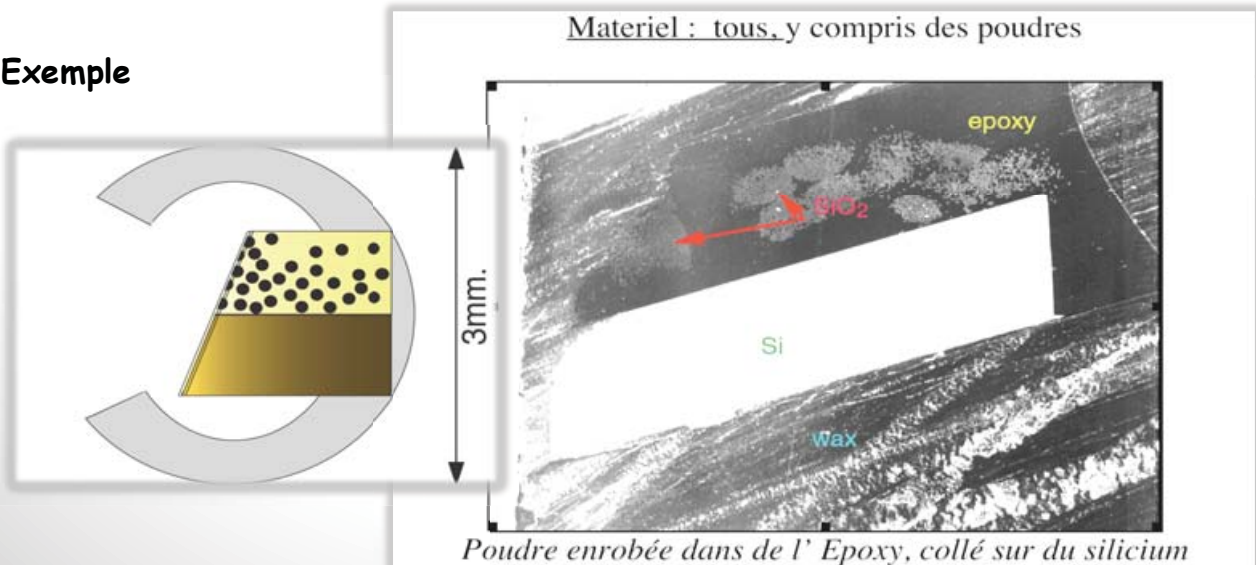


- 2 régions à observer
- "Facile" à réaliser

Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

46

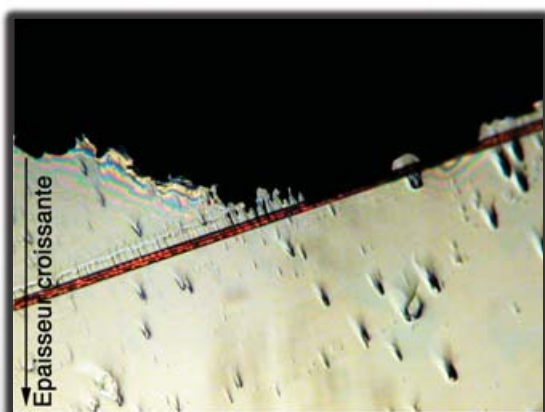
Exemple



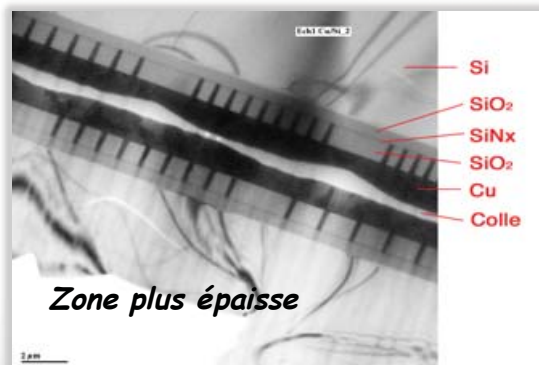
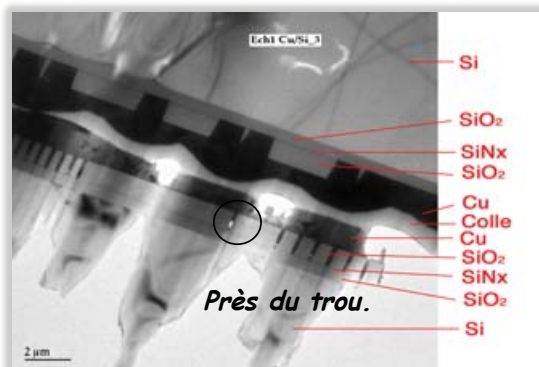
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

47

Exemple : Cu/SiO₂/Si coupe transverse



Résultat après bombardement ionique
PIPS, 4 keV, 1 canon, angle 5°,
puis 15 mn à 2 keV.



Zone plus épaisse

Analyse MET F. Cosandey, Rutgers University, USA

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

48

LA METHODE DU TRIPODE

Exempl: GaN sur substrat saphir

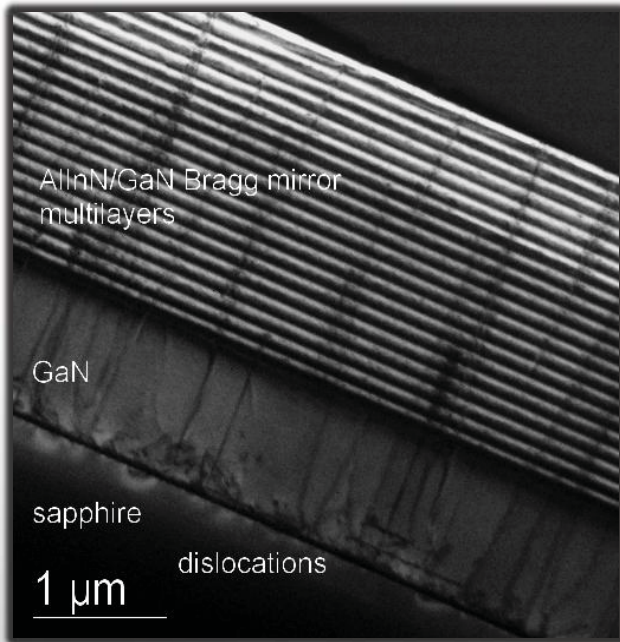


Image MET, champ sombre

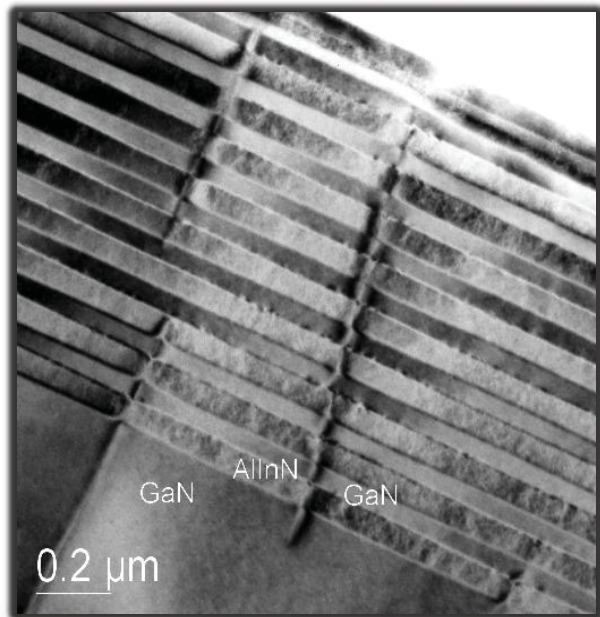


Image MET, champ clair

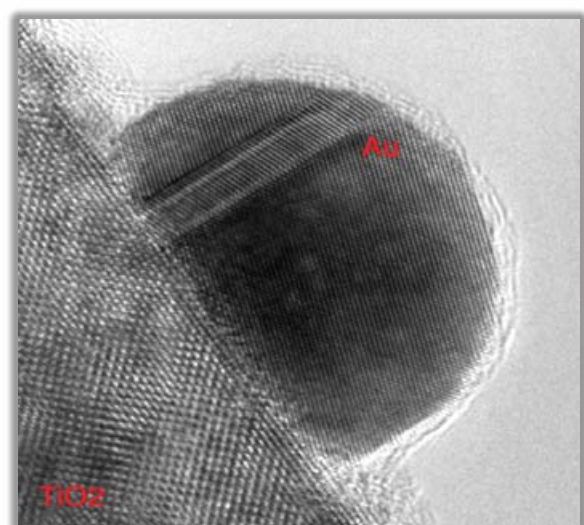
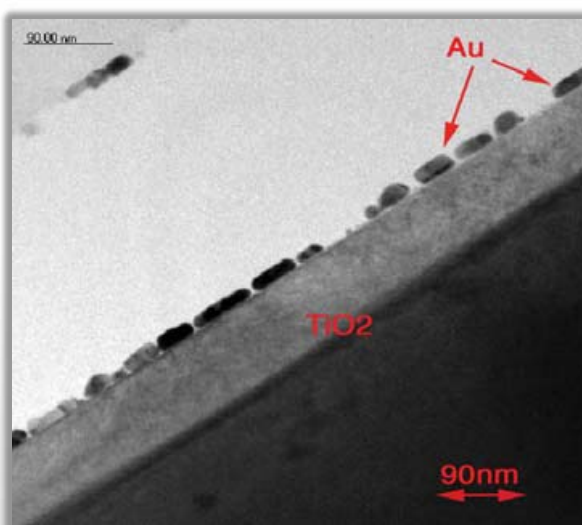
Bombardement ionique: 15 minute, 3 et 2kV, 2 canons, rotation sectorielle, angle 5°

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

49

LA METHODE DU TRIPODE

Exemple: particules Au /TiO₂, coupe transverse, polissage plan



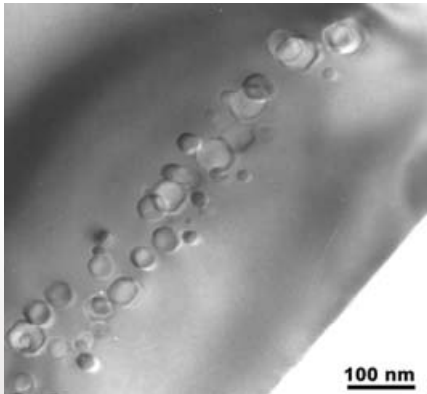
Ion milled at low incidence angle, sectorial rotation

Images MET: F. Cosandey, Rutgers University

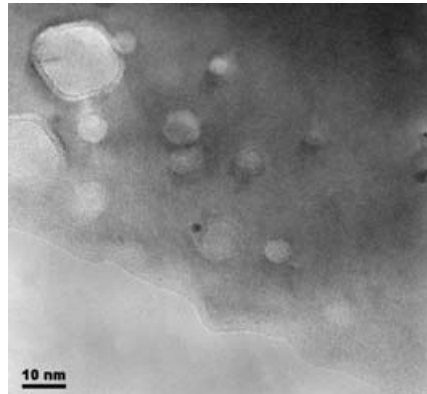
Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

50

Exemple: implantation He dans silicium



Echantillon de silicium avec implantation de He (cavités) sous la surface. Image TEM en champ clair
J.Werckmann, IPCMS, Strasbourg



Même échantillon, autre région, à plus fort grossissement. Image TEM en champ clair
J.Werckmann, IPCMS, Strasbourg

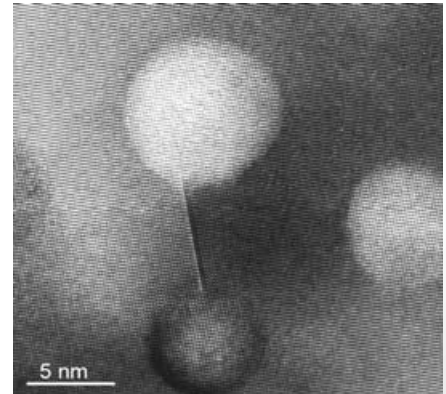


Image haute résolution du même échantillon

Observation MET

Au/SiO₂ sur substrat Si. Pas de bombardement ionique



Microscopie optique, lumière réfléchie, 1000x

Artefact !!!

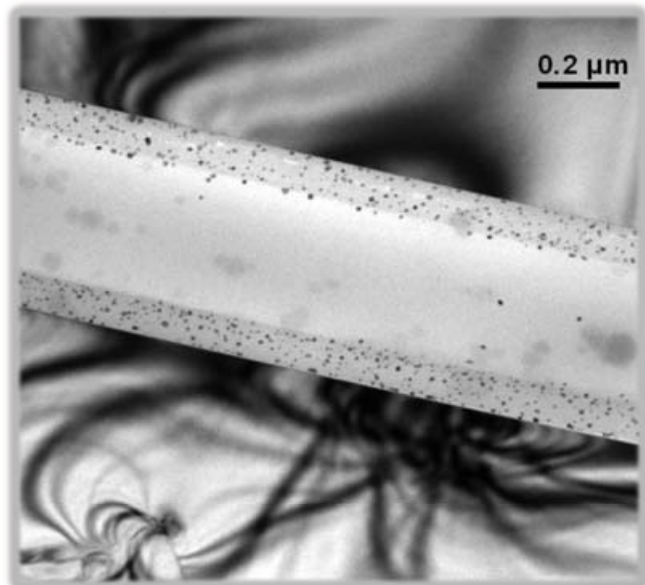
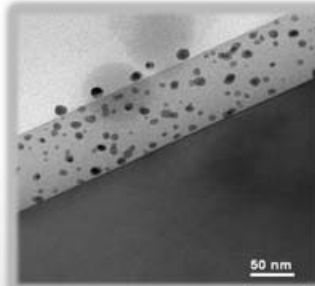
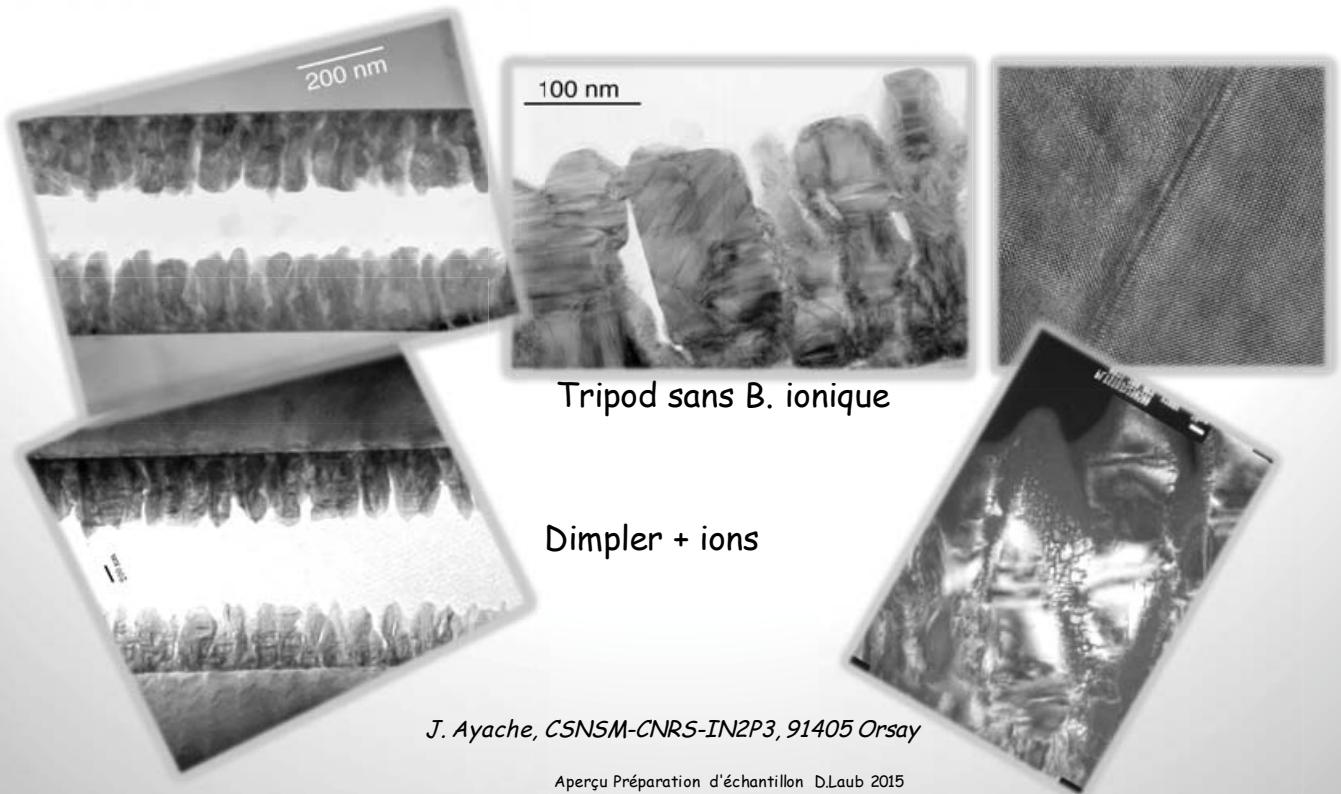


Image MET, champ clair

D. Laub, A. Schüler, S. de Chambrier,
EPFL, Lausanne

Ferroélectrique PbLaTiO_3 sur substrat SrTiO_3

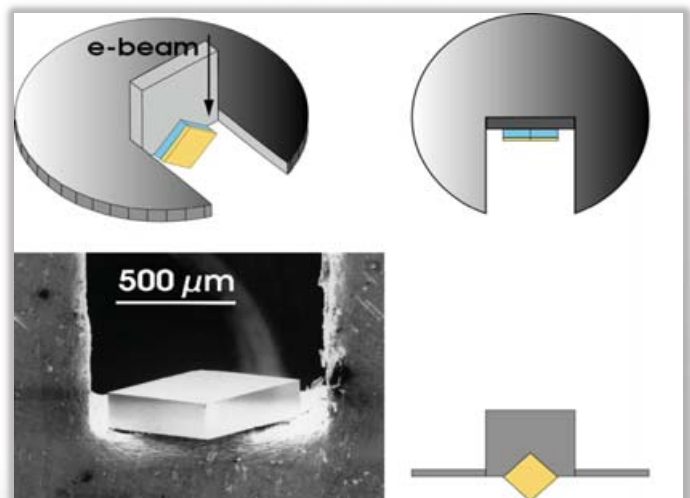
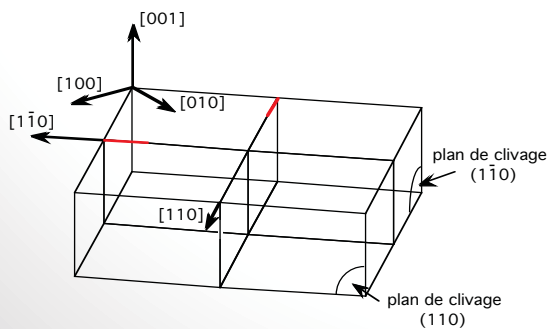


53

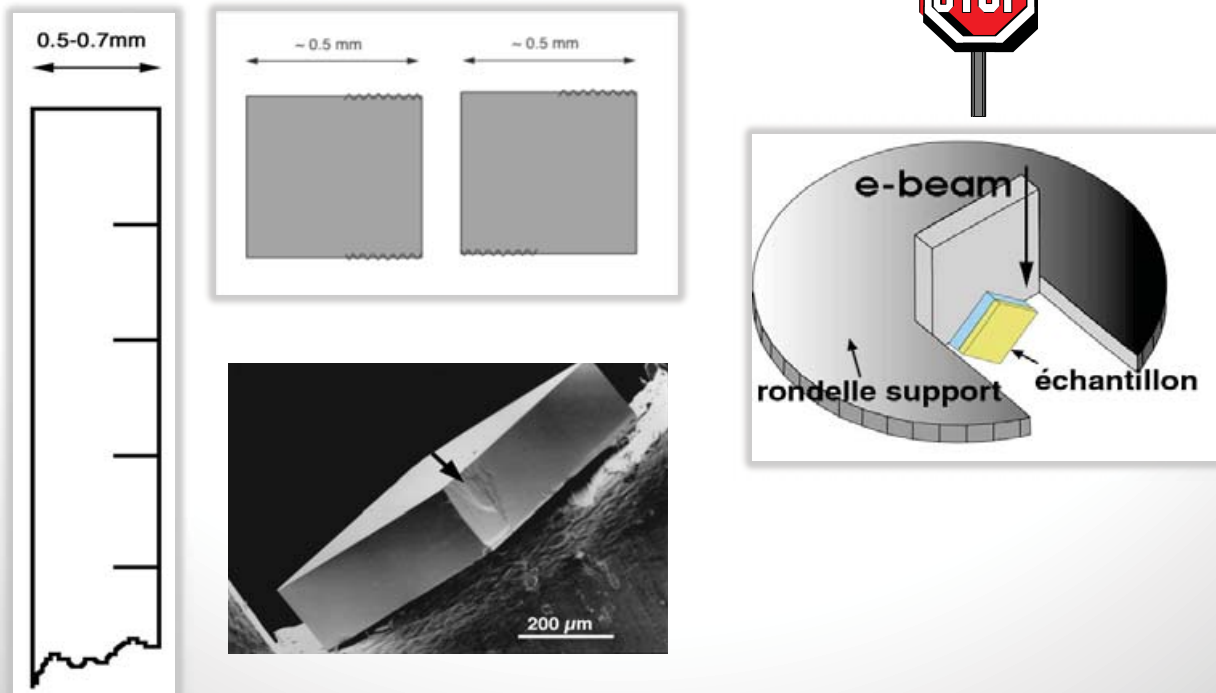
LA MÉTHODE DU COIN CLIVE

Le coin clivé est un échantillon monocristallin (en ce qui concerne le substrat) d'une dimension d'environ 0.5mm / 0.5mm sur lequel on obtient un coin parfait par deux clivages successifs.

Principe: le clivage utilise le fait que les cristaux peuvent se séparer selon des plans faiblement liés entre eux



54

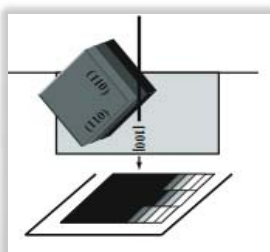


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

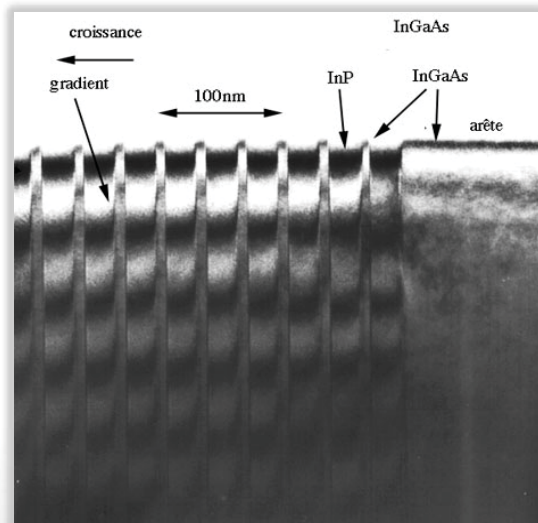
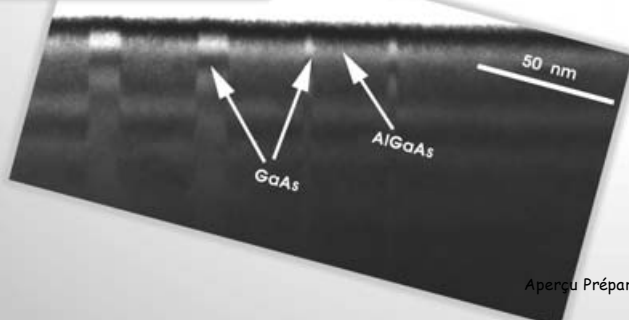
55

Origine du contraste:

- Dans le cas d'un coin clivé, l'épaisseur est parfaitement connue en tous points de la zone observée: le profil des franges d'égale épaisseur dépend alors uniquement de la composition chimique.
- L'observation est faite dans le plan des interfaces.
- Les interfaces sont mises en évidence par une discontinuité des franges perpendiculairement à l'arête du coin.



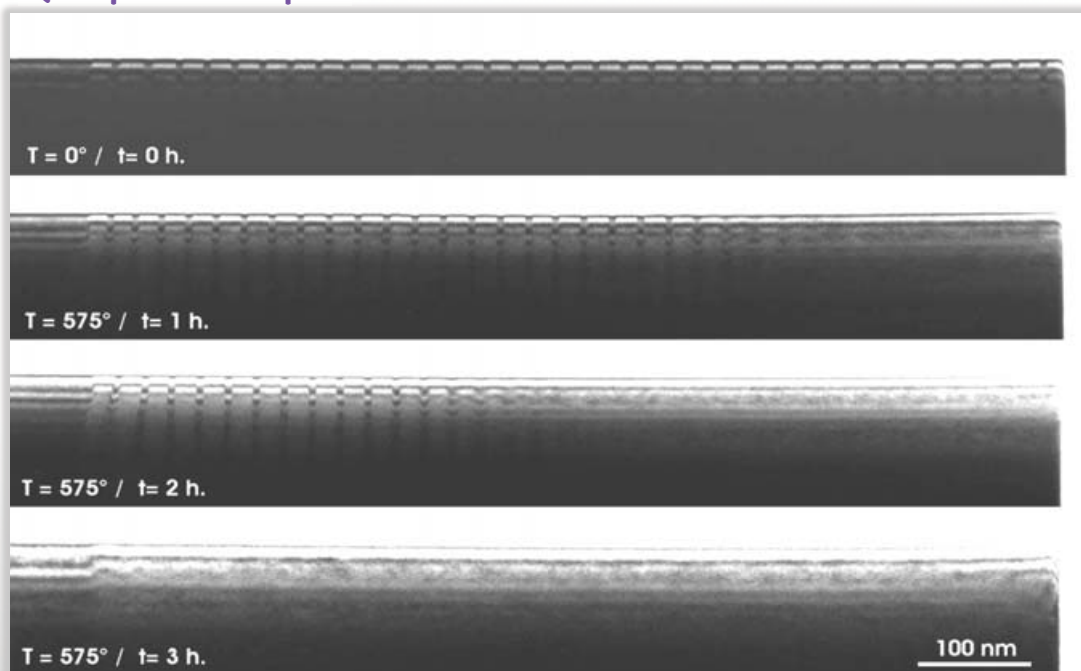
J.D. Ganière, IPRQ-EPFL.



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

56

Quelques exemples



J.D. Ganière, EPFL

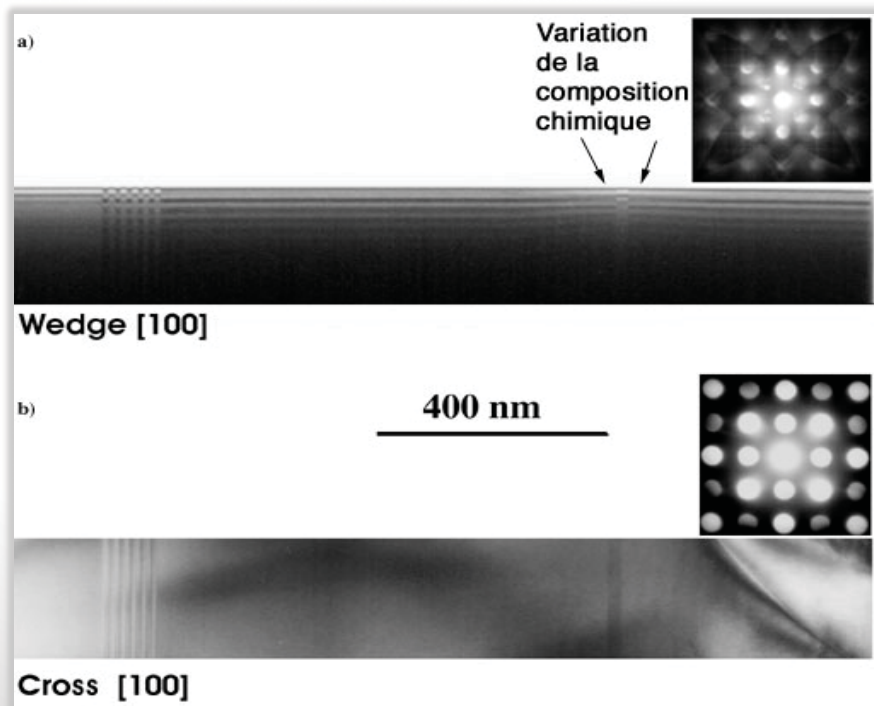
Destruction de puits quantiques dans AlGaAs par diffusion de Zinc depuis la surface

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

57

Comparaison entre un coin clivé et une coupe transverse "traditionnelle" d'un échantillon à puits quantiques AlGaAs/GaAs

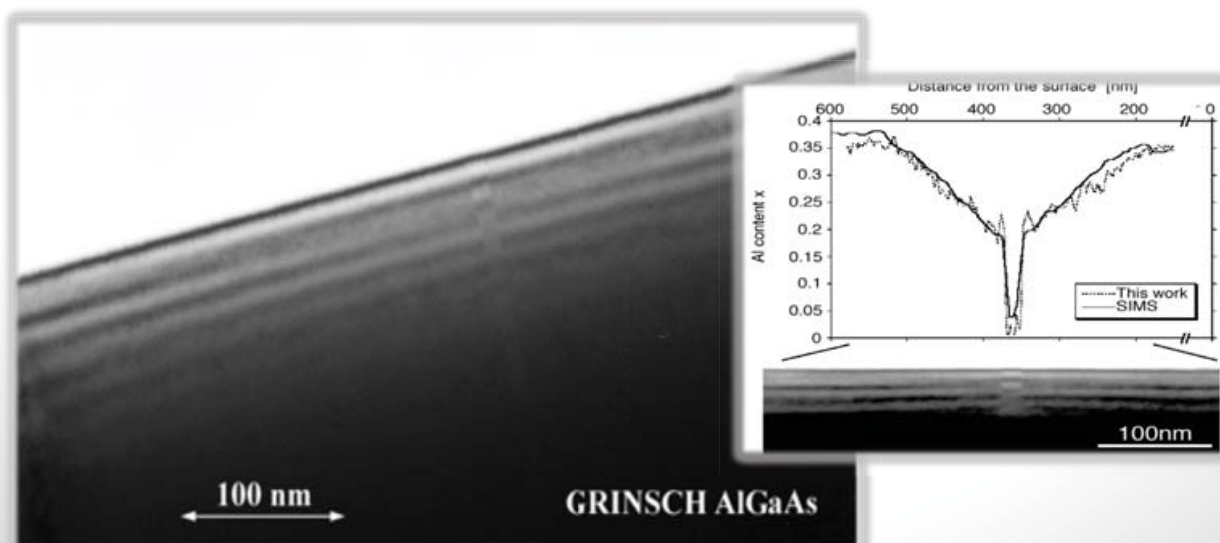
P.A. Buffat,
J.D. Ganière, EPFL



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

58

Exemple WTEM Grinsch

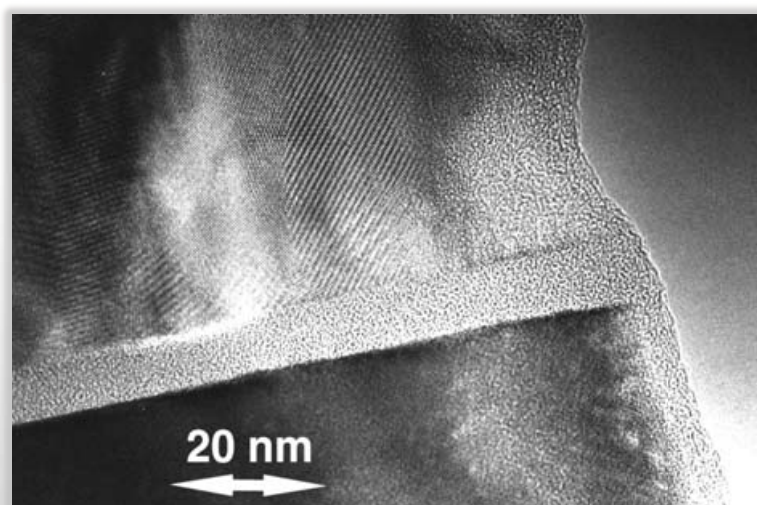


P.A. Buffat, EPFL-CIME, Lausanne

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

59

La méthode du COIN CLIVE



Si [111]/SiO₂/poly Si



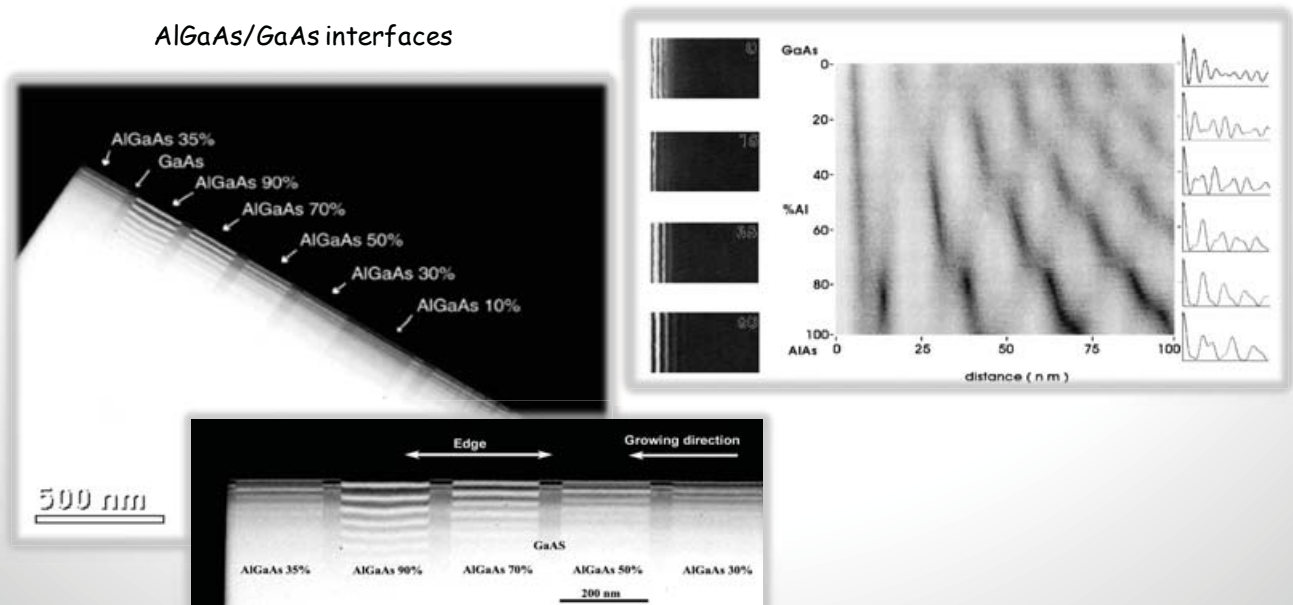
Cr-Ti 50-50/ substrate Si
Supposé croissance colonnaire
Confirmation couches Cr/Ti par EELS

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

60

L'image du positionnement des franges d'égale épaisseur associée à un programme de simulation permet une analyse semi-quantitative de la composition chimique

AlGaAs/GaAs interfaces



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

61

L'ULTRAMICROTOMIE- LA CRYO-ULTRAMICROTOMIE

Coupe d'un échantillon à une épaisseur constante de 20 à 200 nm, à l'aide d'un couteau en diamant, soit à température ambiante, soit à froid (LN₂)

Observations

- Statistique de taille de particules
- Analyse chimique EDX, analyse chimique EELS (requiert une épaisseur constante)
- Microstructure
- Vue plan ou coupe transverse d'un matériau qui ne peut être soumis aux autres techniques
- Matériaux divisés de petite tailles (poudre, plaquettes,...)

- Matériaux
- Polymères
- Catalyseurs
- Matériaux géologiques
- Biomatériaux
- Végétaux
- Métaux

...

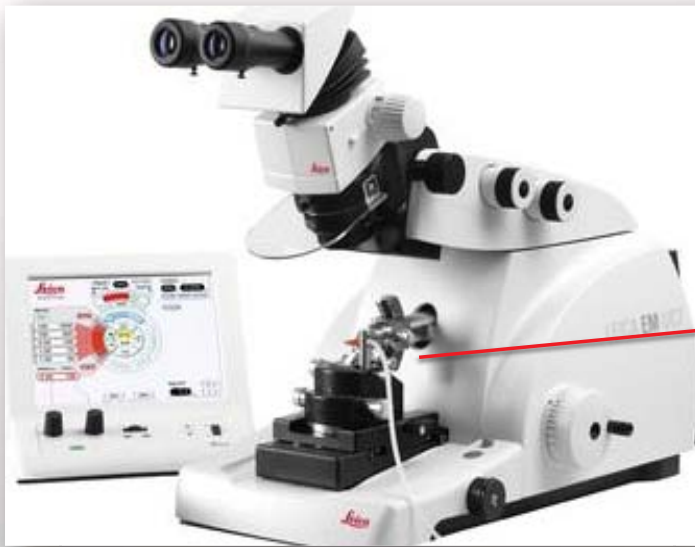
Inconvénients:

- Déformation de l'échantillon due à la compression, fissures
- Dislocations
- ...



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

62



Le couteau en diamant



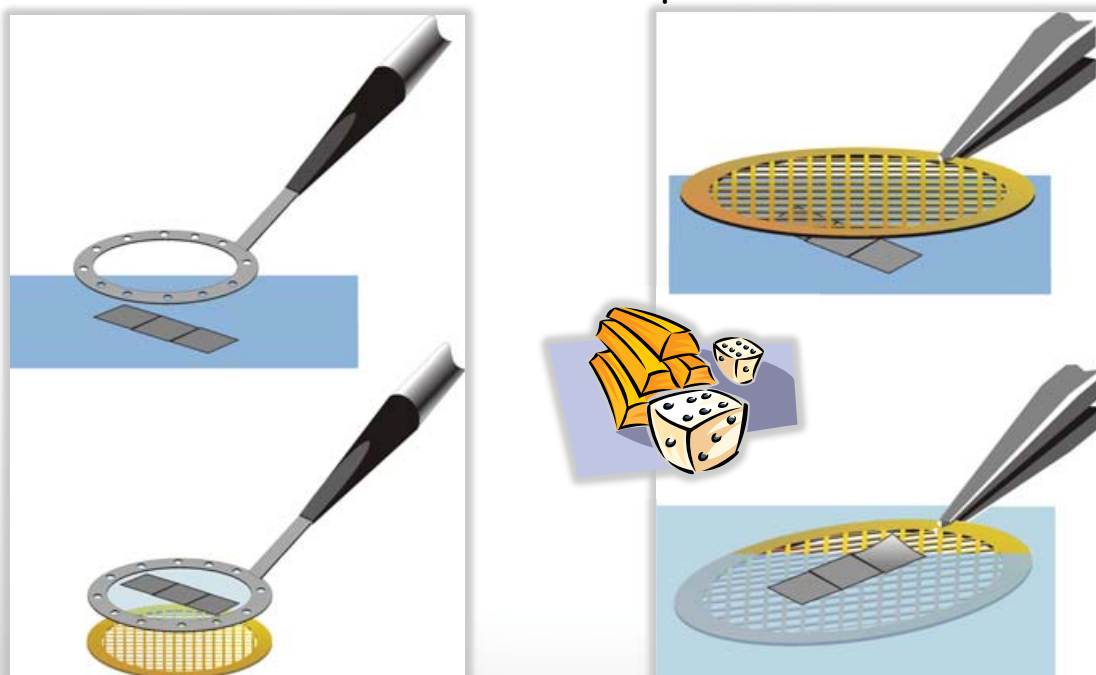


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

65

L'ultramicrotomie

Collecter les coupes

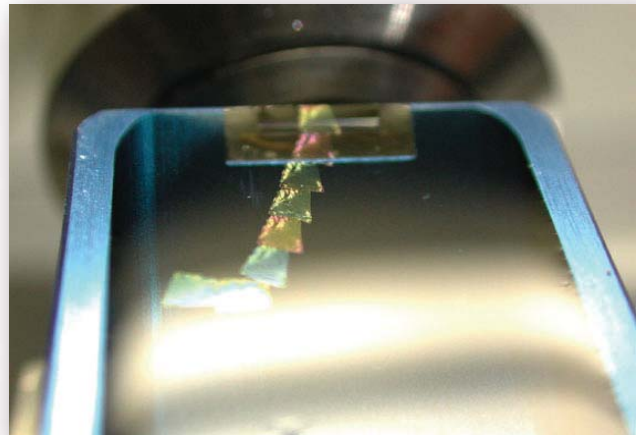
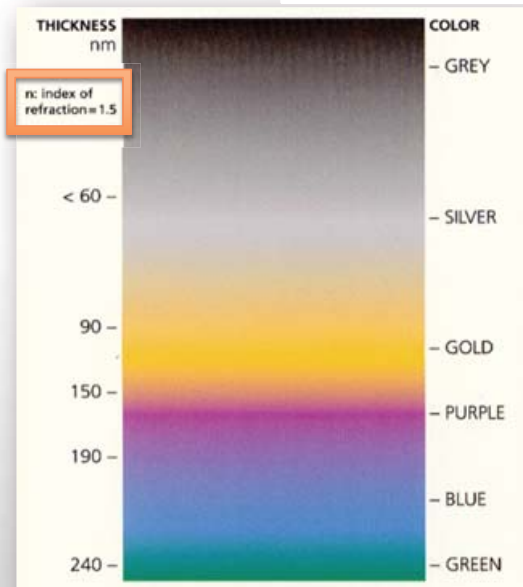


Présentation de Helmut Gnägi, Diatome

66

La couleur de la résine donne des informations sur:

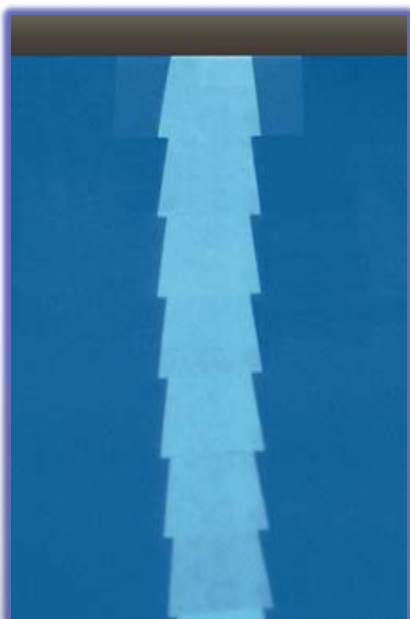
- Homogénéité de l'épaisseur de la coupe
- Epaisseur de la coupe



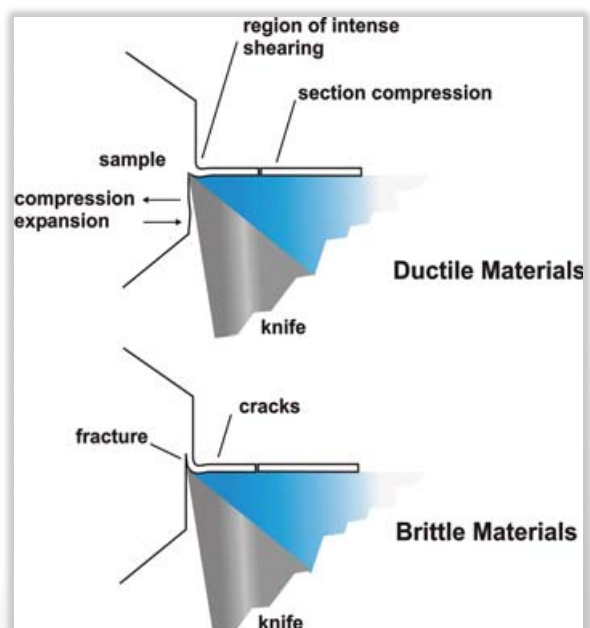
Isabelle Pignot-Paintrand, UPR-CNRS 5301

Coupe de l'échantillon à l'épaisseur désirée (ou possible!)

- Epaisseur: 40 - 50nm
- Vitesse de coupe: 0.2mm/sec



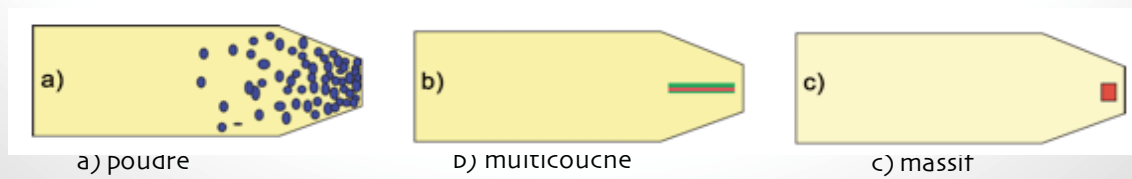
Dommages induits



Présentation Helmut Gnägi, Diatome

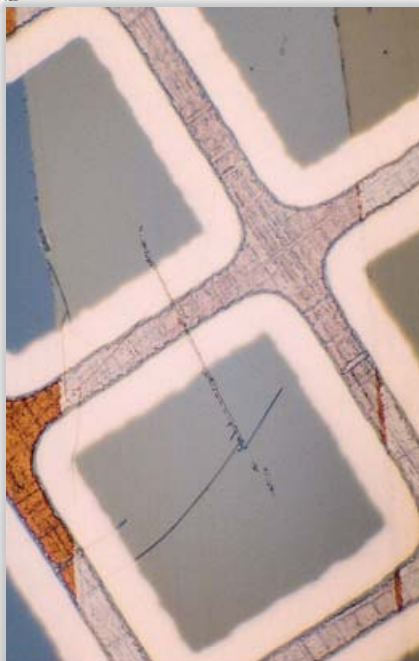
- Eviter d'enrober si possible (métaux, polymères)
- Réduire la taille de l'échantillon au minimum nécessaire
- Pré-imprégnation si nécessaire

Important: la dureté de la résine après polymérisation devrait être la plus proche possible de celle de l'échantillon

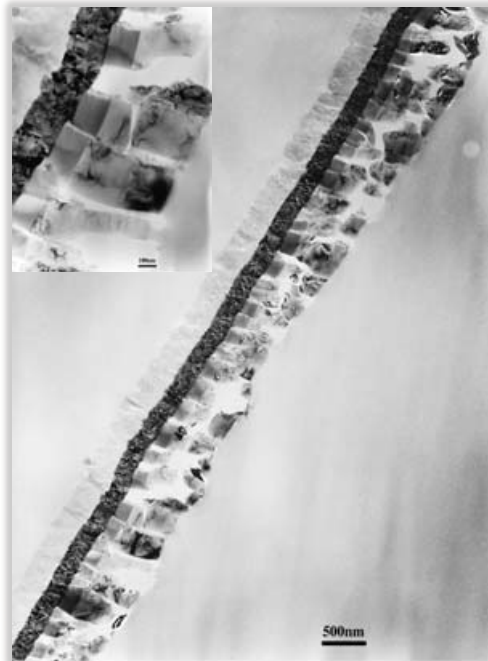


Matériaux poreux: imprégnation-enrobage sous vide

L'ultramicrotomie- exemples de matériaux



Microscopie optique

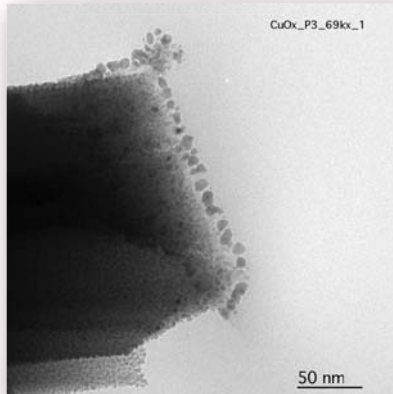


DLC/Ti/Si₃N₄/Si

MET, image en champ clair

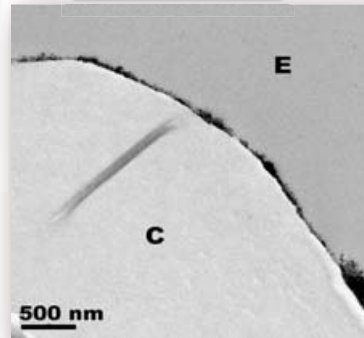
Présentation de Helmut Gnägi, Diatome

Particule CuO_x

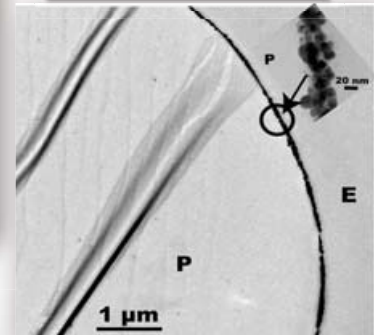


Catalyseur

TiO_2 / fibre coton



TiO_2 / fibre polymère PE

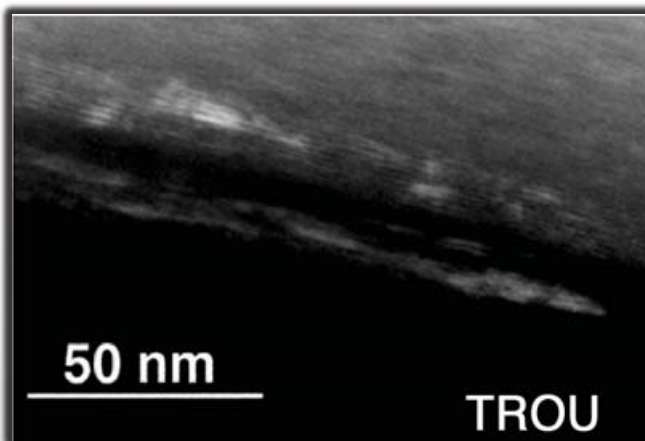


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

71

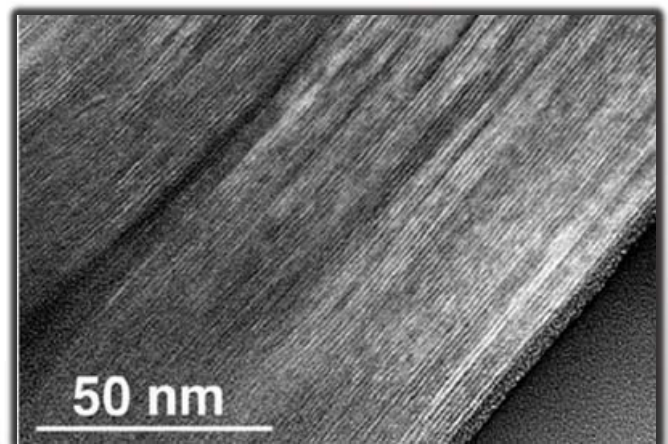
Mica

Le polissage mécanique suivit du bombardement ionique a donné de mauvais résultats



Bombardement ionique Gatan Duo Mill

Même échantillon préparé par ultramicrotomie



Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

72

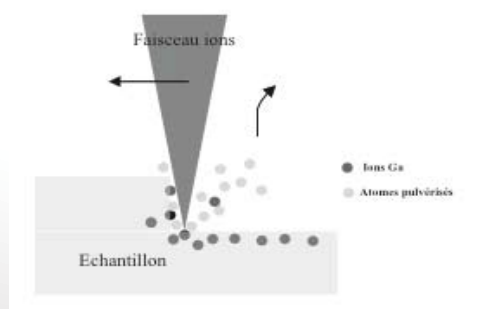
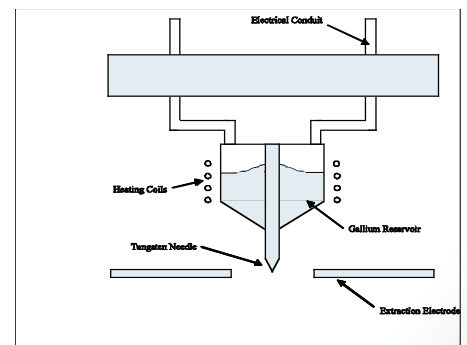
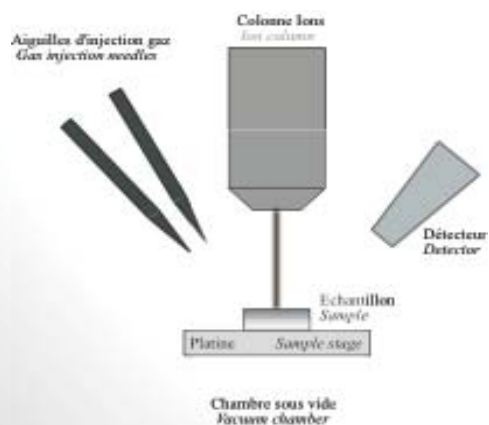


Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

73

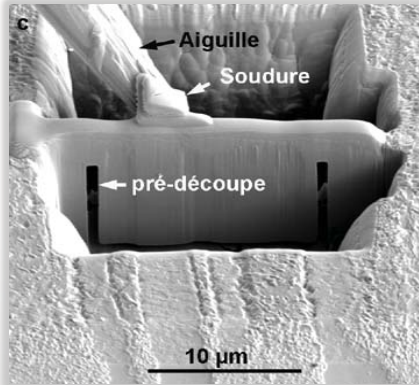
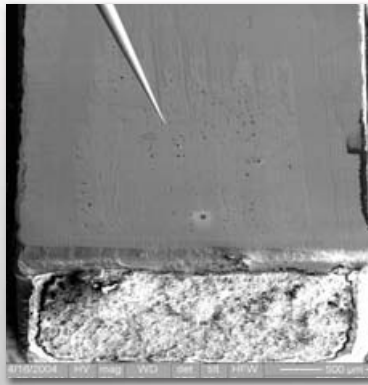
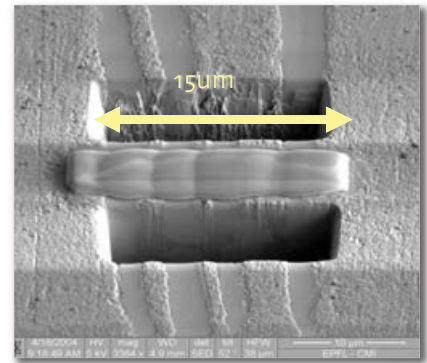
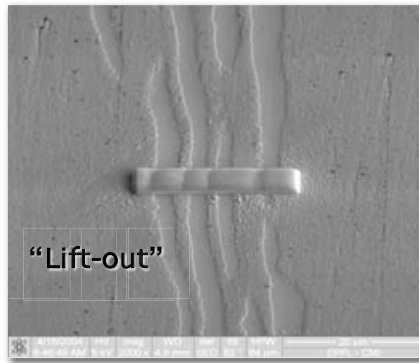
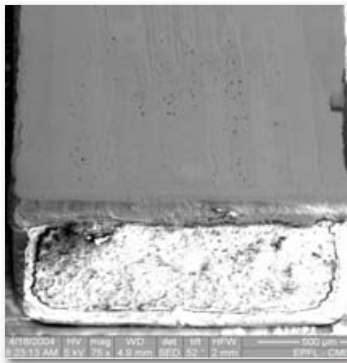
Le FIB (Focused Ion Beam)

Gaz: généralement Galium



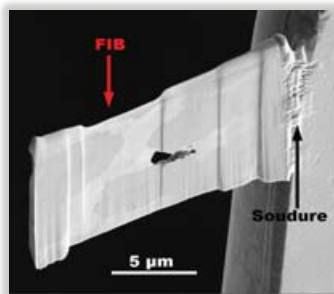
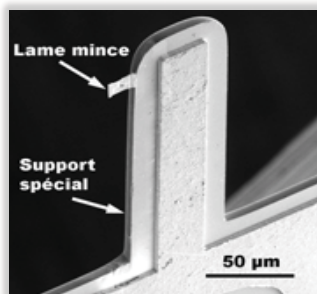
Aperçu Préparation d'échantillon DLaub 2015

74



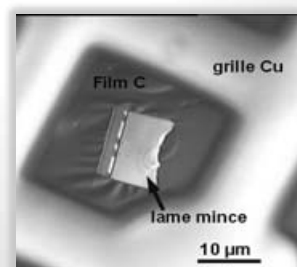
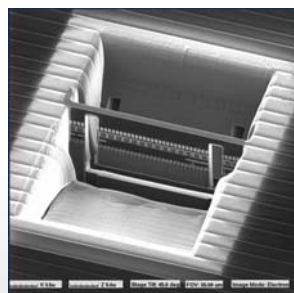
TEM grid, 3mm diameter

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015



F. Bobard, M. Cantoni, CIME-EPFL

Lift out externe

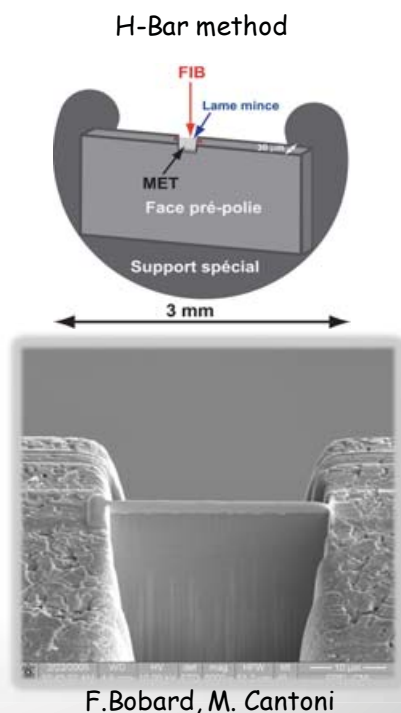
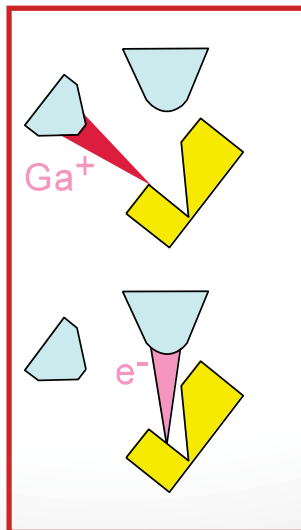
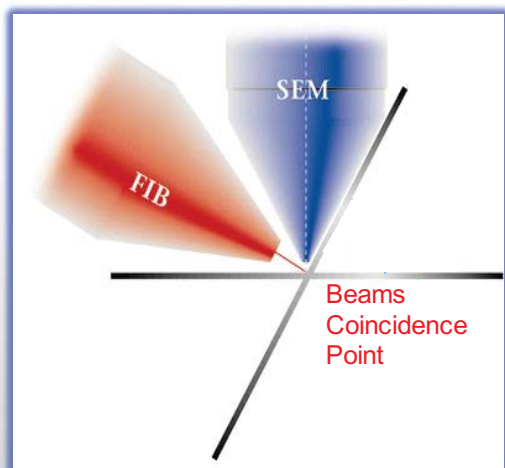


Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

The FIB (Focused Ion Beam)

Pour:

- Vue plane
- Coupe transverse
- Orientation quelconque



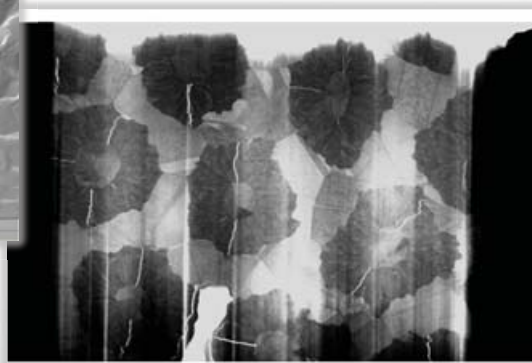
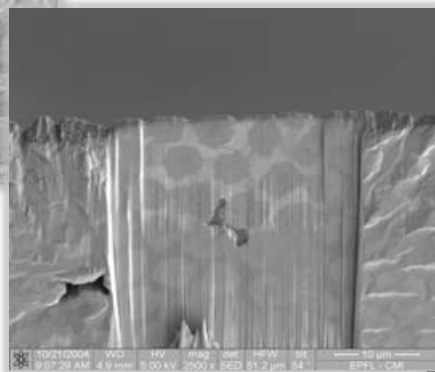
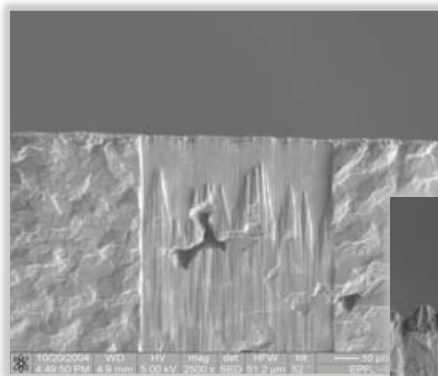
F.Bobard, M. Cantoni

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

77

Le FIB (Focused Ion Beam)

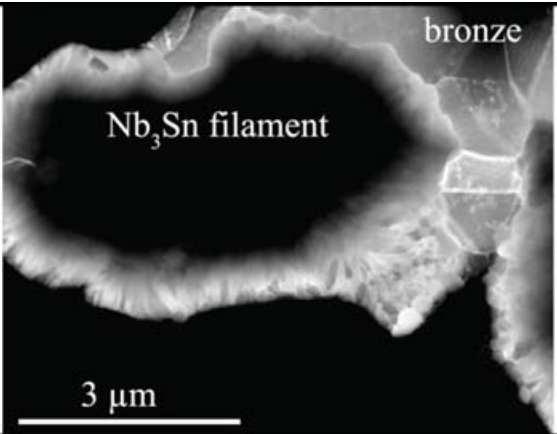
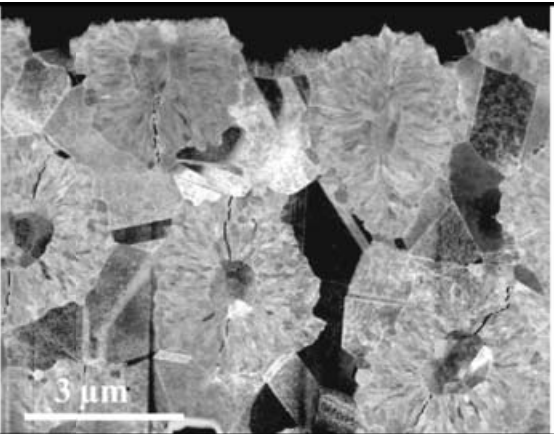
Préparation d'un échantillon de
multifilaments Nb₃Sn/bronze



FIB prép.: F.Bobard Images MET: M. Cantoni, CIME-EPFL

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

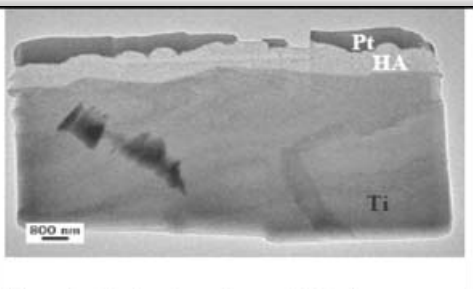
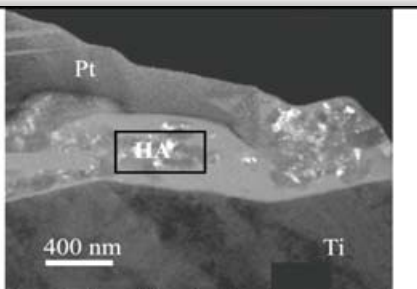
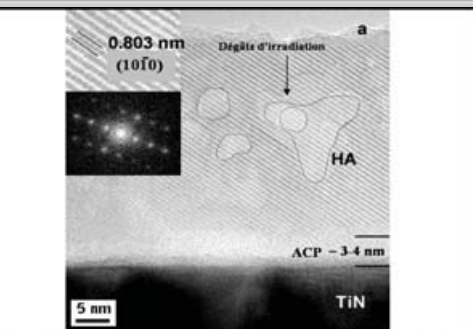
78

	
Multifilaments Nb₃Sn dans une matrice de bronze. Méthode tripod + B. ionique faible angle (5°). Seuls les bords du filament et la matrice sont transparents aux électrons. D. Laub/M.Cantoni	Même échantillon préparé par FIB. La lamelle a une épaisseur constante, la totalité des filaments et la matrice sont transparents aux électrons M.Cantoni

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

79

Comparison entre 2 techniques: FIB et Tripod

	
Vue générale d'une lame FIB de HA/TiN/Ti.	Même échantillon à plus fort grandissement, image en champ sombre. La lame n'est pas assez mince pour permettre la haute résolution
	Même échantillon préparé par la technique Tripode (le substrat Ti n'est pas visible). Une partie de la couche HA a été perdue pendant le polissage. Malgré cela et les dégâts d'irradiation, l'observation HRTEM est possible

(J. Ayache)

80

L'effet du polissage électrolytique est dû à la dissolution anodique d'une surface prépolie dans une cellule électrolytique composée de:

- un réservoir pour l'électrolyte
- une source de courant continu
- une anode (l'échantillon)
- une cathode

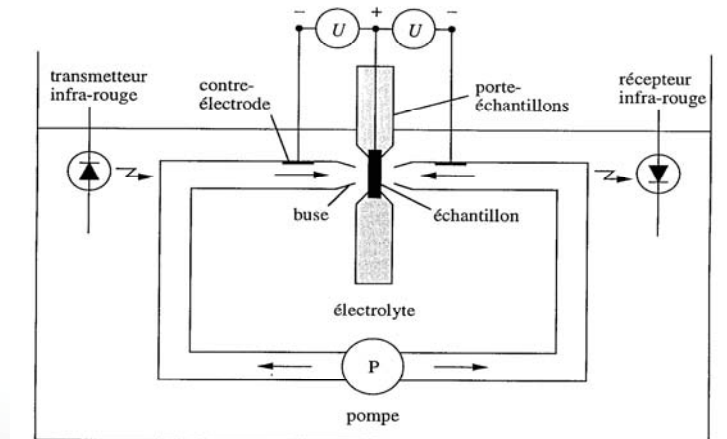


Schéma du polissage électrolytique à double jet

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

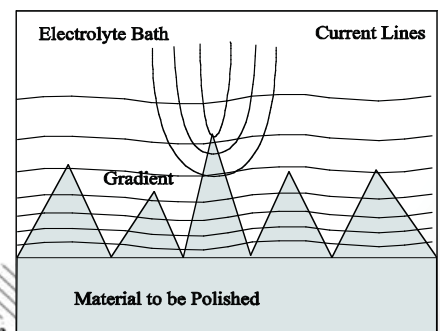
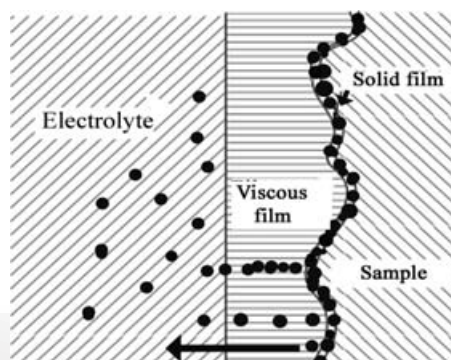
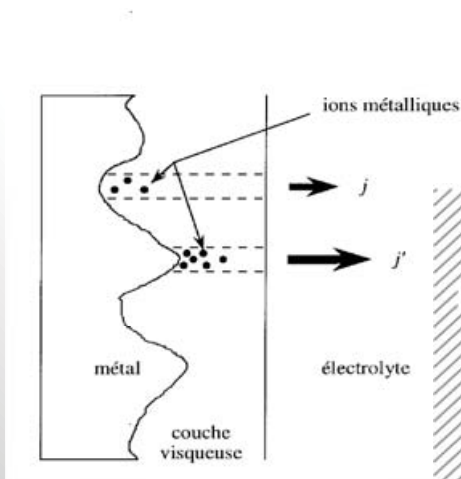
81

Le polissage électrolytique

Principe

Solution électrolytique:

- un acide ou une base
- une solution visqueuse
- un liquide ionisable

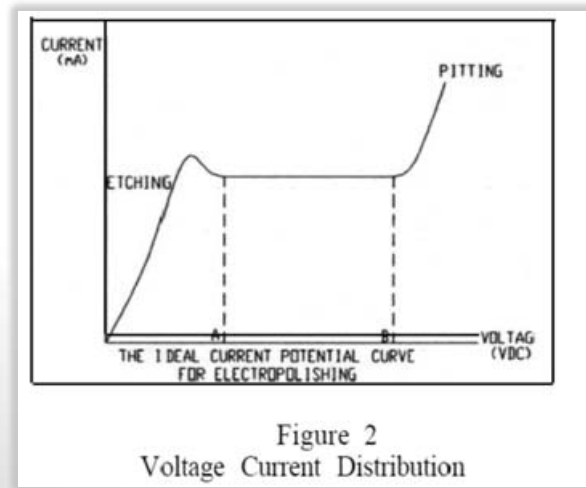


Densité de courant proportionnelle au gradient:
plus faible dans les creux, plus forte sur les points
= nivellement de la rugosité

Aperçu Préparation d'échantillon D.Laub 2015

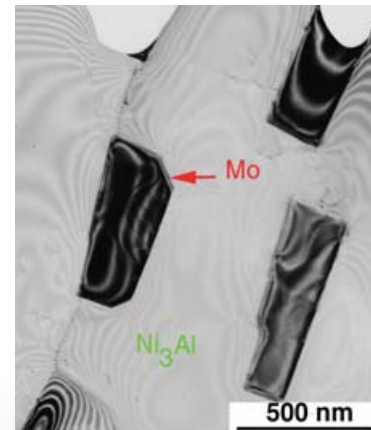
82

«Plateau»



Observations:

- dislocations (orientation)
- macles
- études des interfaces granulaires
- précipités et mélange de phases
- etc.



Matrice Ni_3Al , fibres Mo
Image MET en champ sombre

Le polissage électrolytique

Principalement pour une vue en plan

MATÉRIAUX CONDUCTEURS ÉLECTRIQUES:

- Métaux et alliages, généralement monophasés, quelques bi ou polyphasés
- Carbures
- Graphite
- Certains oxydes
- Certains matériaux composites à matrice métallique

AVANTAGES: méthode non destructive

INCONVENIENTS: risque d'attaque préférentielle, dissolution d'une phase ou de l'interface, éventuellement couche résiduelle d'oxyde en surface

LE POLISSAGE CHIMIQUE

Même principe que le polissage électrolytique mais moins contrôlable
Solutions plus réactives utilisées à plus haute température

Observations: vue en plan ou coupe transverse

Matériaux:

- métaux
- semi-conducteurs
- oxydes
- verre
- etc.

Méthode:

- découpage ou procédure de coupe transverse
- polissage sur feutre spécifique pour l'adjonction de produits chimiques
- attaque chimique jusqu'à l'obtention d'un trou

AVANTAGES: possible avec des matériaux non conducteurs

INCONVÉNIENTS: attaque préférentielle au niveau des dislocations (etch pits), éventuellement couche d'oxydation résiduelle à la surface de l'échantillon

-

LA MÉTHODE DES RÉPLIQUES

*REPRODUCTION DE LA TOPOGRAPHIE DE SURFACE
OU EXTRACTION DE PARTICULES*

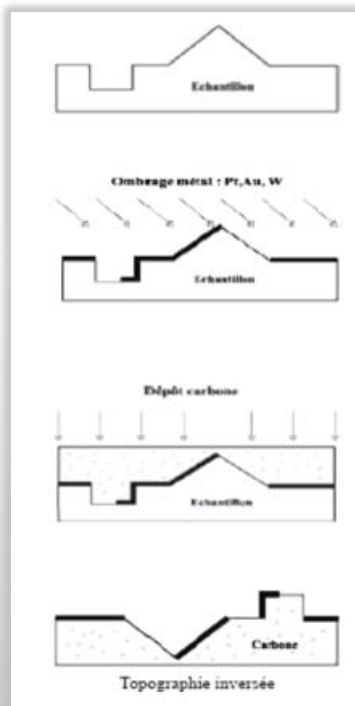
Observations

- Matériel multiphasé
- Topographie
- Particules de seconde phase (réplique extractive)
- Échantillons irradiés

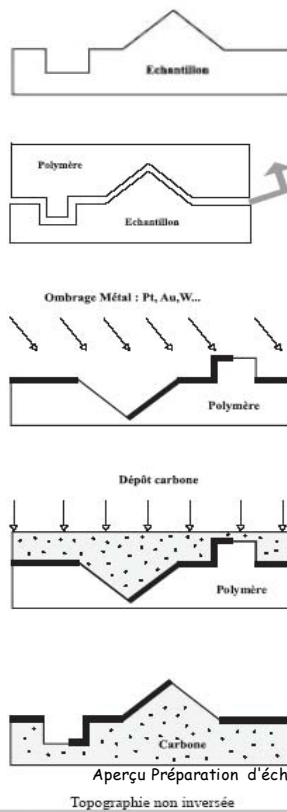
Méthode

- Dépôt d'un film à la surface de l'échantillon, soit un polymère mou ou polymère rendu mou par un solvant, soit par un dépôt de carbone ou d'oxyde. (La réplique en polymère doit ensuite être « carbonnée » pour la conduction électrique).
- Séparation film-échantillon par trempage dans un solvant, par arrachage doux ou par dissolution de la matrice
- Montage de la réplique sur un support pour MET

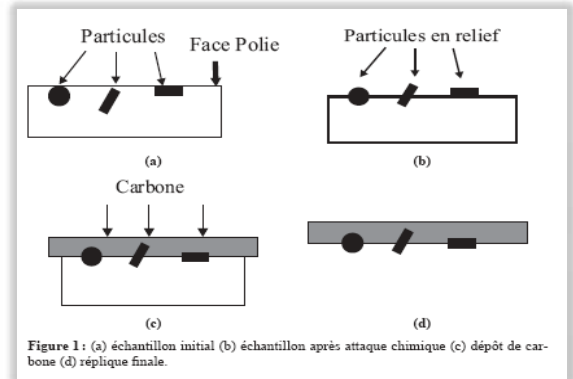
Directe



Indirecte



Extractive

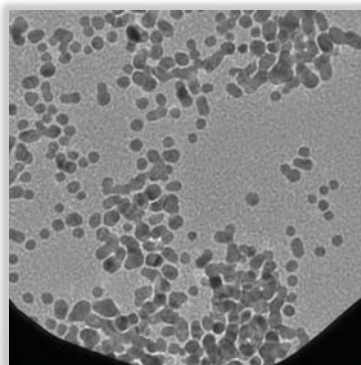


87

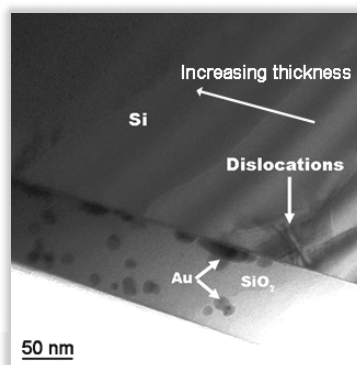
Comparaison entre plusieurs techniques:

Dispersion de particules - Coin Clivé et Tripode

Particules Au



SiO₂/Au sur substrat Si



88



... la cuisine!!!...

il faut l'adapter à votre sensibilité
et aux ingrédients dont vous disposez!

Aller aussi sur: Google: « temsamprep » ou « <http://temsamprep.in2p3.fr> »:
Site didactique de méthodes de préparation d'échantillons