

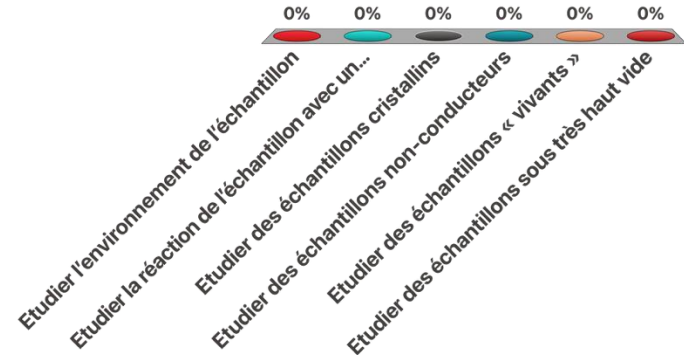
# ESEM: SEM environnemental

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



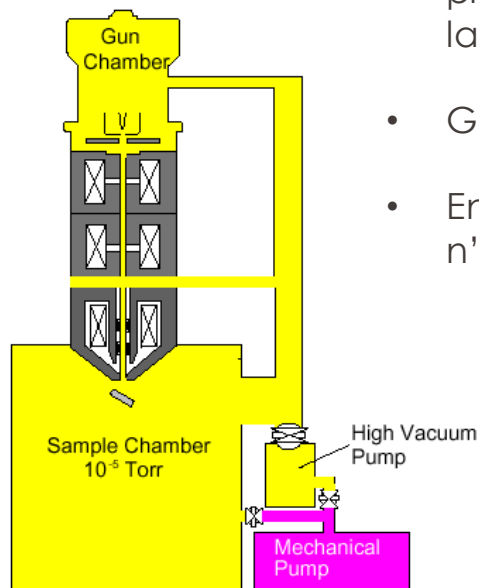
# Microscope électronique à balayage environnemental: ESEM

- Principes
- Echantillons hydratés
- Echantillons isolants
- Exemples

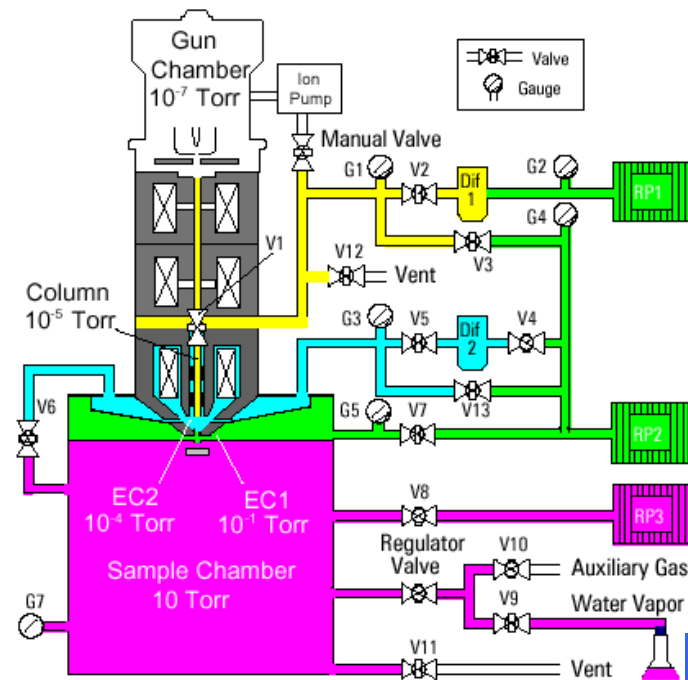
# Systeme de vide: pompage differentiel

- 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



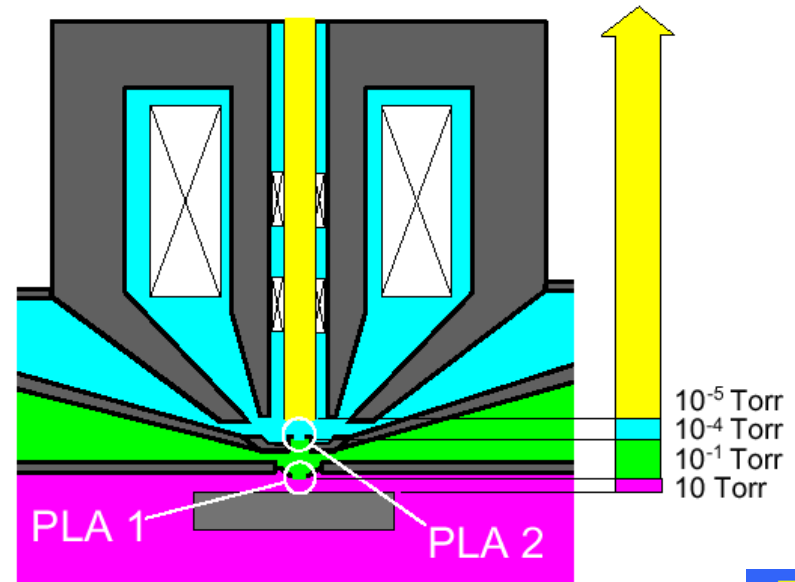
- Plusieurs diaphragmes de pompage différentiel limitent la différence de pression entre le canon et la chambre
- Gradient de pression
- En mode low vacuum, on n'a qu'un diaphragme



# Système de vide: pompage différentiel

## ESEM

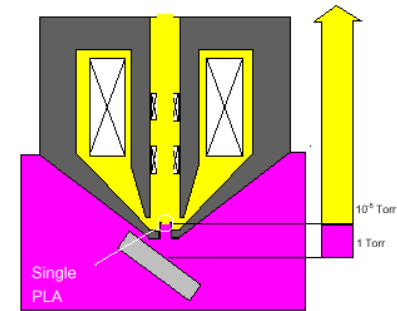
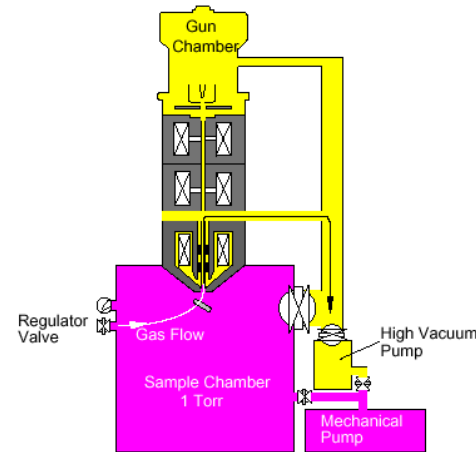
- Combinaison de plusieurs diaphragmes différentiels
- Permet des ouvertures plus grandes
- Limite les parcours de diffusion des électrons dans le gaz



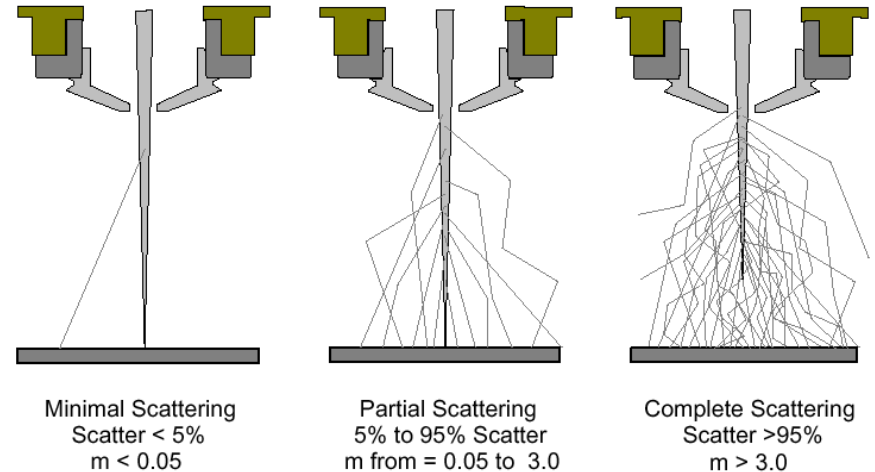
# Système de vide: pompage différentiel

## 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

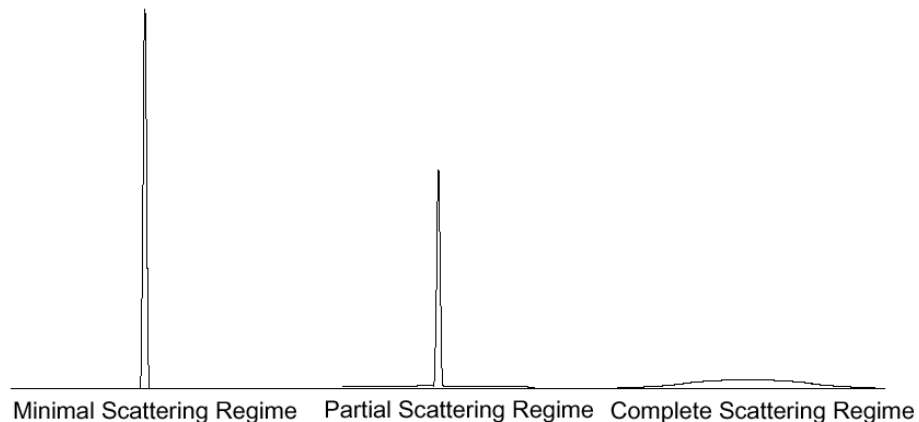


- Jusqu'à 5% d'électrons diffusés, l'image est encore nette
- Au-delà, l'image est floue
- On doit ajuster la distance de travail (WD) avec le libre parcours moyen de l'atmosphère
- Le cône de diffusion s'appelle une « jupe » de diffusion

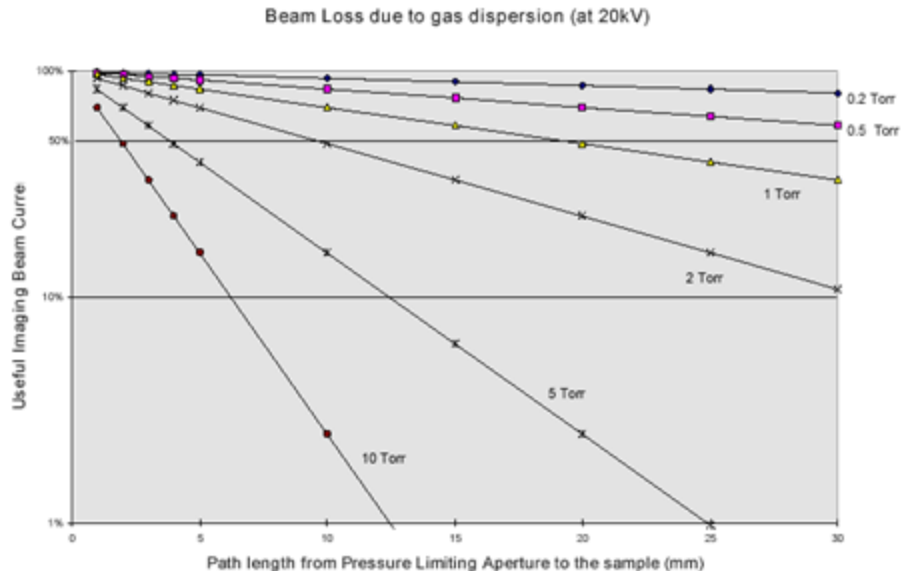


$m$ : nombre moyen de collisions des électrons

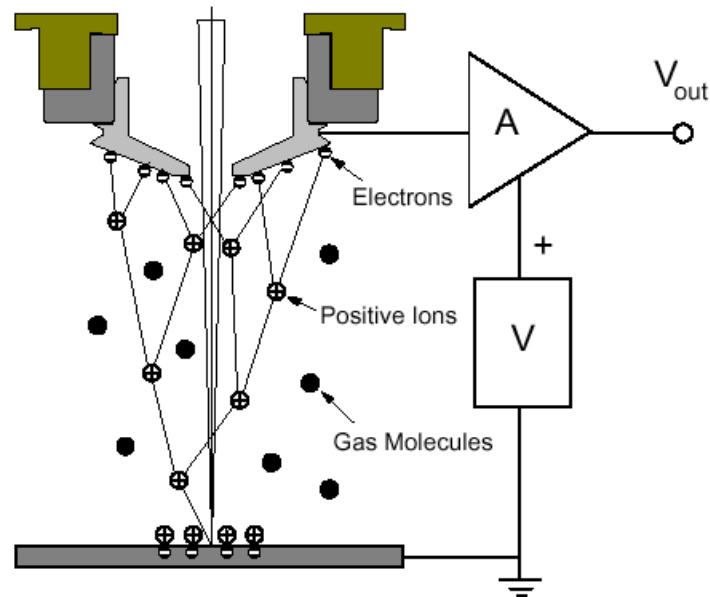
- Jusqu'à 5% d'électrons diffusés, l'image est encore nette
- Au-delà, l'image est floue
- On doit ajuster la distance de travail (WD) avec le libre parcours moyen de l'atmosphère
- En mode diffusion partielle, l'essentiel des électrons sont encore focalisés



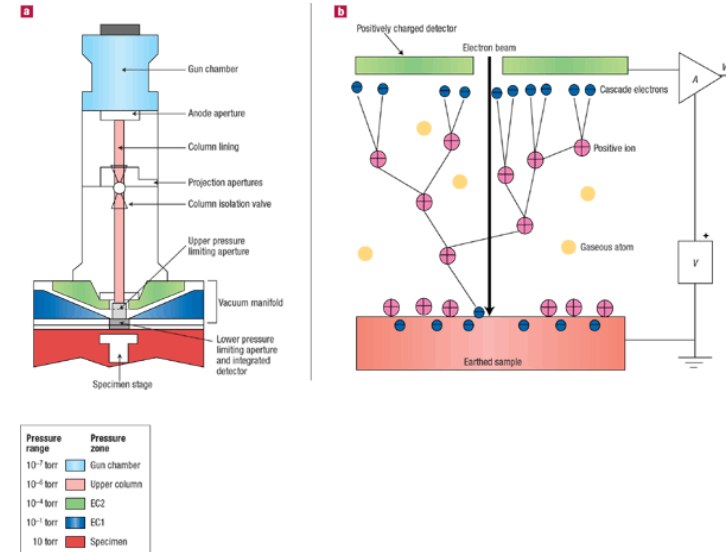
- La perte de courant dans la sonde focalisée dépend de la pression et de la longueur de diffusion dans la chambre
- On voit l'intérêt de réduire la distance de travail



- 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

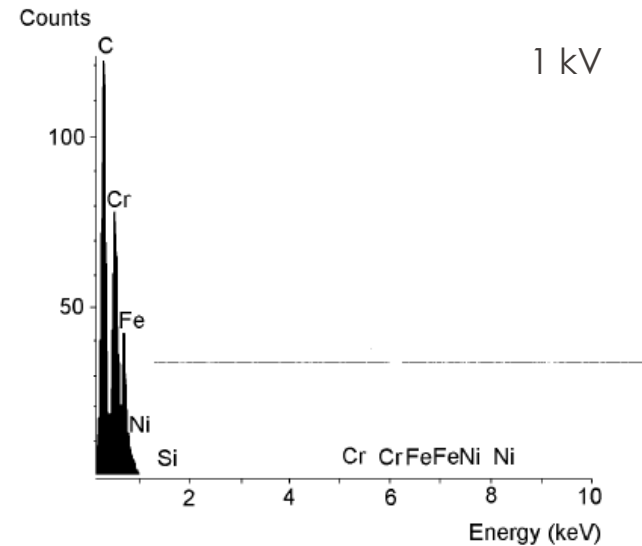
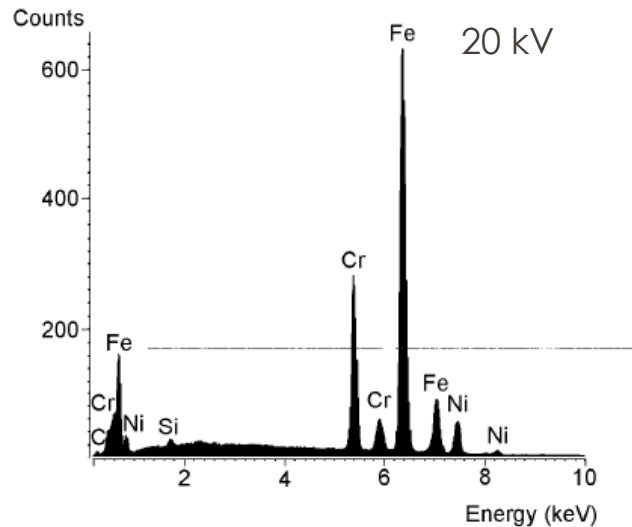


ESEM

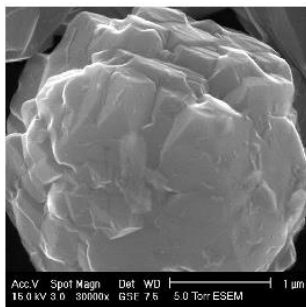


# Exemples: réduction de l'effet de charge

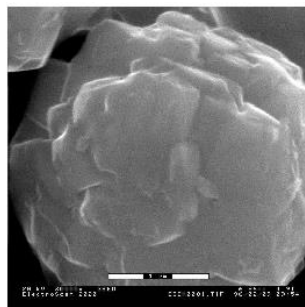
- Réduire la tension n'est pas compatible avec l'EDS!!



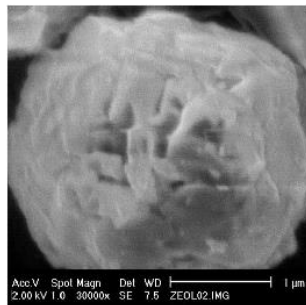
# Exemples: Effet du canon et de la tension



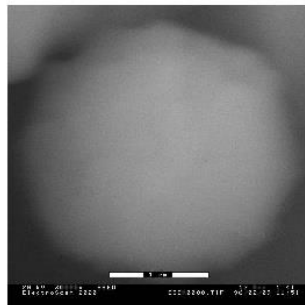
ESEM, FEG,  
15 kV, GSED



ESEM, LaB6,  
20 kV, GSED



SEM, FEG, 2 kV,  
détecteur ET



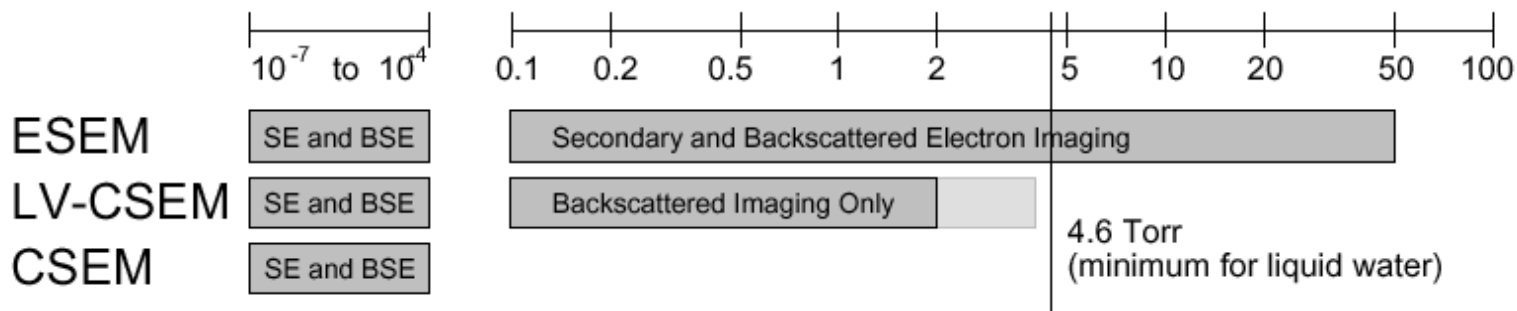
LV-SEM, LaB6,  
20 kV, BSE

- 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

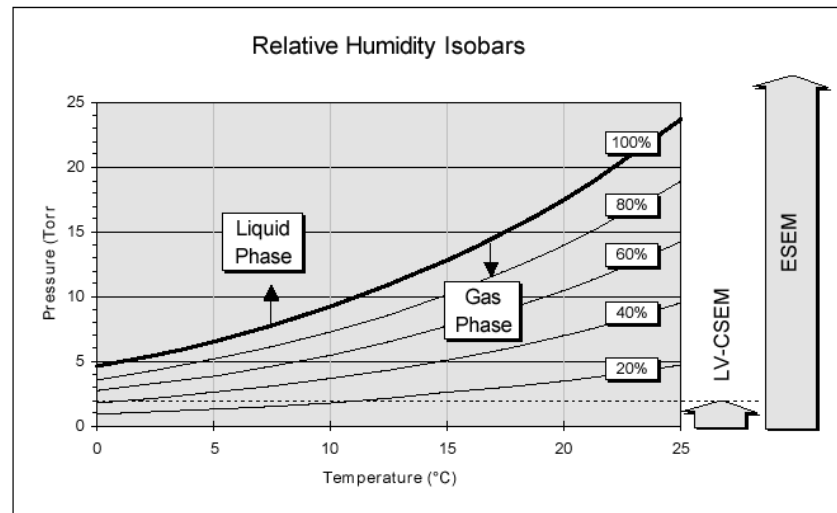
- LV-CSEM: low vacuum conventional SEM, cela ne permet que de l'imagerie avec les BSE
- Seul ESEM permet de faire de l'imagerie avec des SE dans une atmosphère partielle
- Seul l'ESEM permet d'avoir la pression nécessaire pour maintenir un échantillon humide.

## Vacuum in Torr

(1 Torr = 133 Pascal = 1.33 mBar)



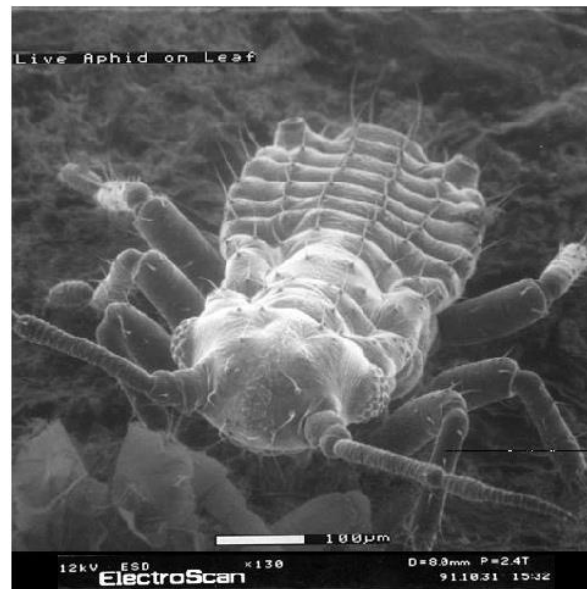
- Ligne magique: pression dans la chambre à laquelle l'eau peu condenser
- La pression minimale dans la chambre doit être au minimum de 4.8 Torr
- Pour éviter la condensation ailleurs dans le microscope, on refroidit l'échantillon pour faire baisser la pression de saturation



(1 torr = 1.33322 mbar)

# Exemple: objet vivant (et humide)

- Puceron sur une feuille
- Images prises pour National Geographic

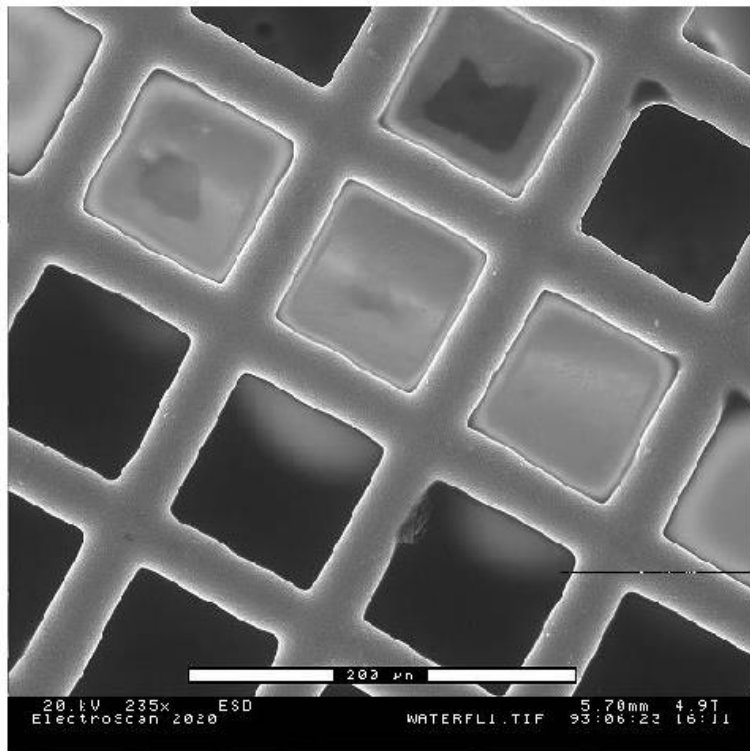


# Exemple: objet vivant (et humide)

- 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!)



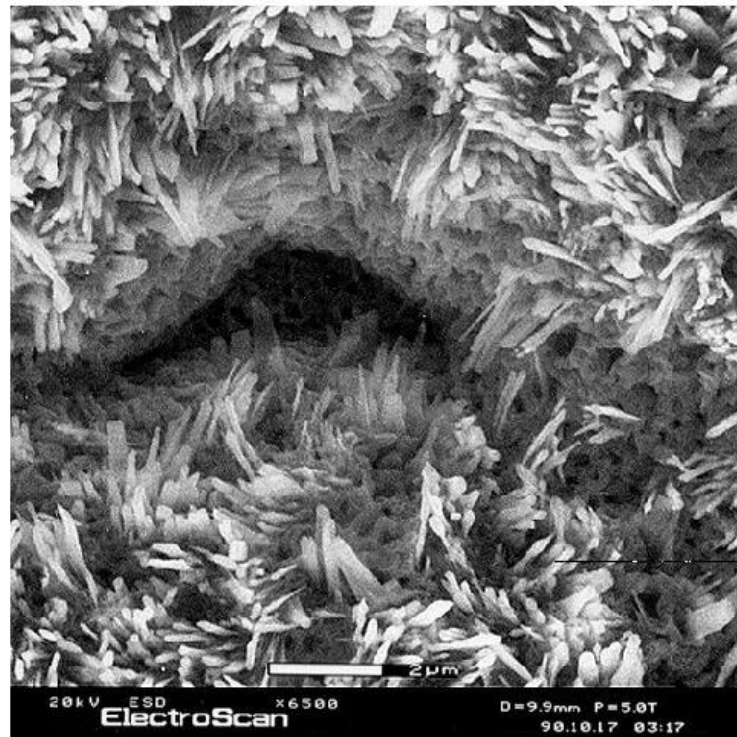
# Exemple: objet humide (ou hydraté)



- Film d'eau déposé sur une grille de cuivre

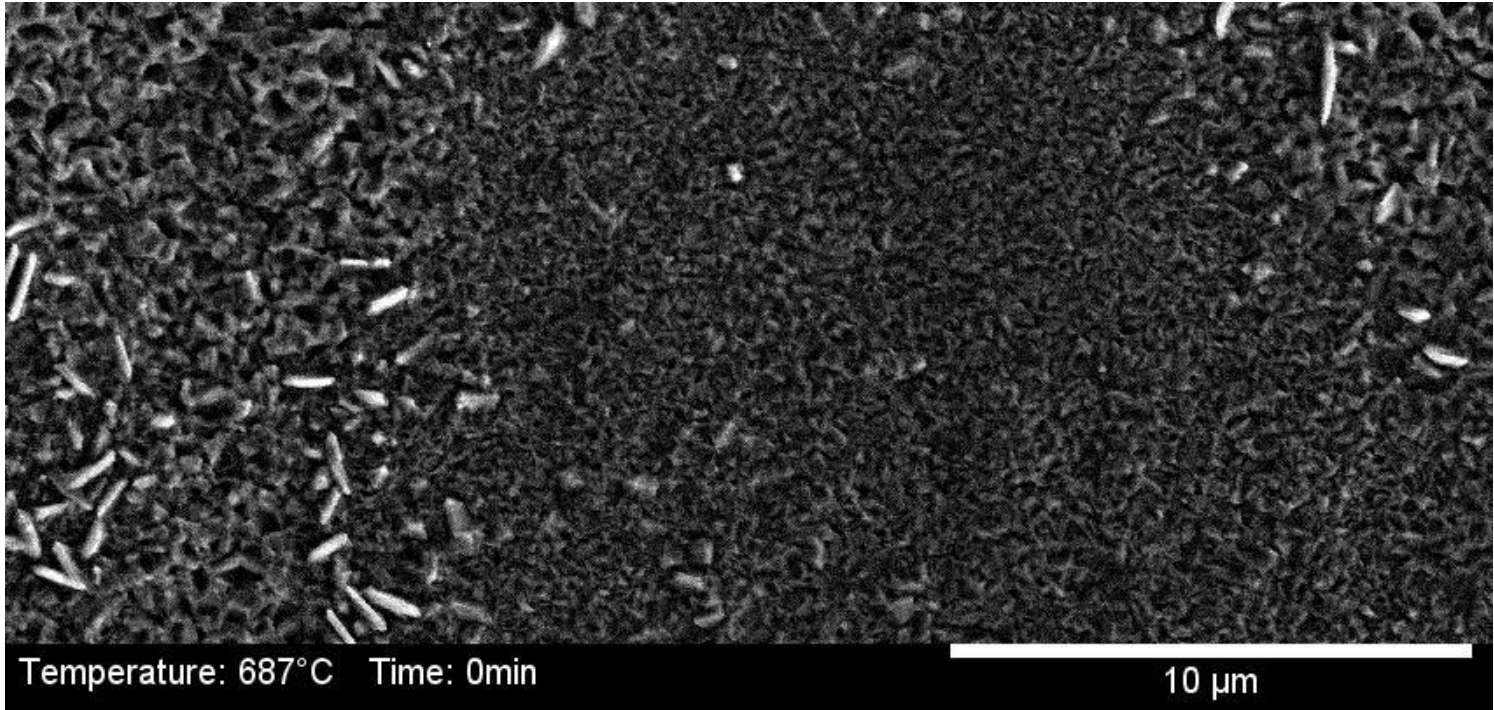
# Exemple: oxydation/corrosion

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



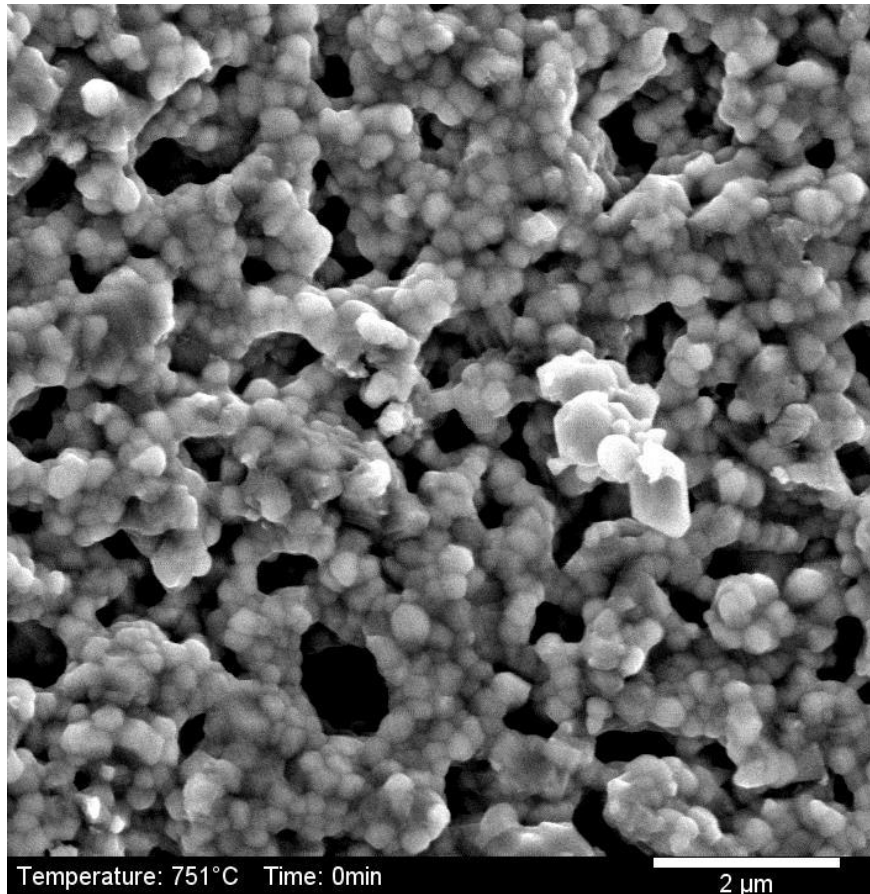
# Exemple: oxydation/corrosion

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

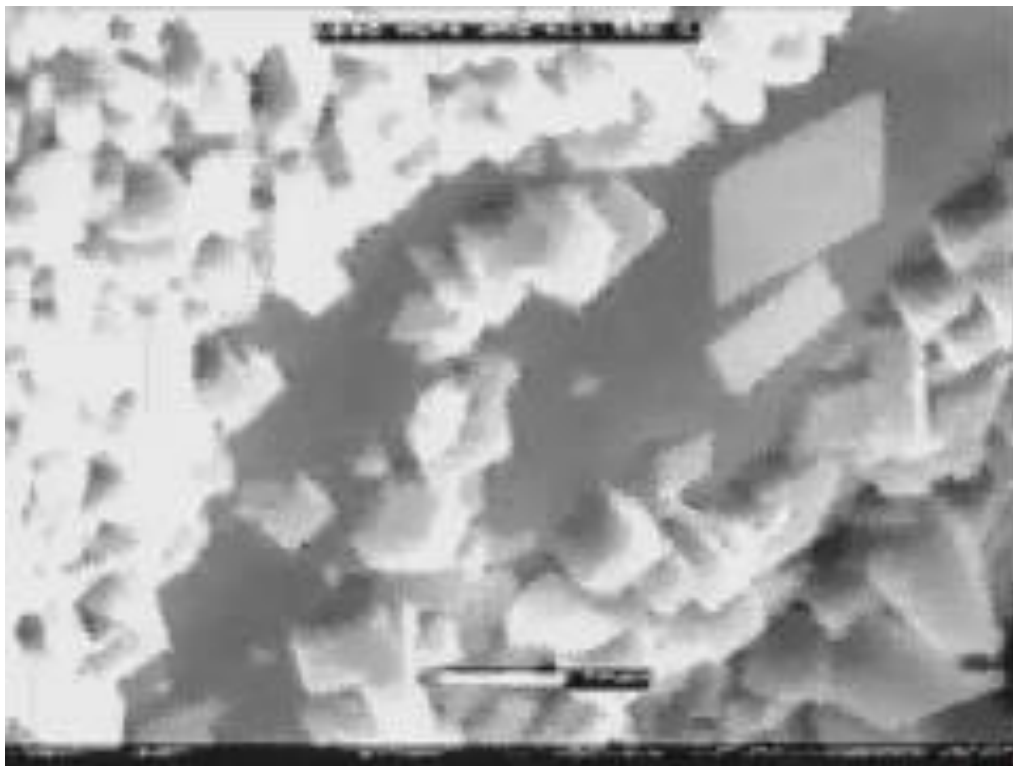


# Exemple: réduction-oxydation

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



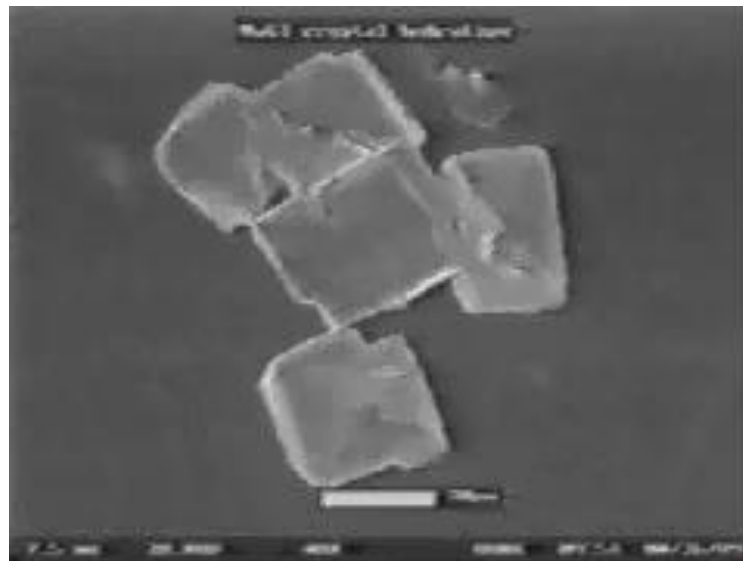
# Exemple: Transition de phases



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

# Exemple: Transition de phases

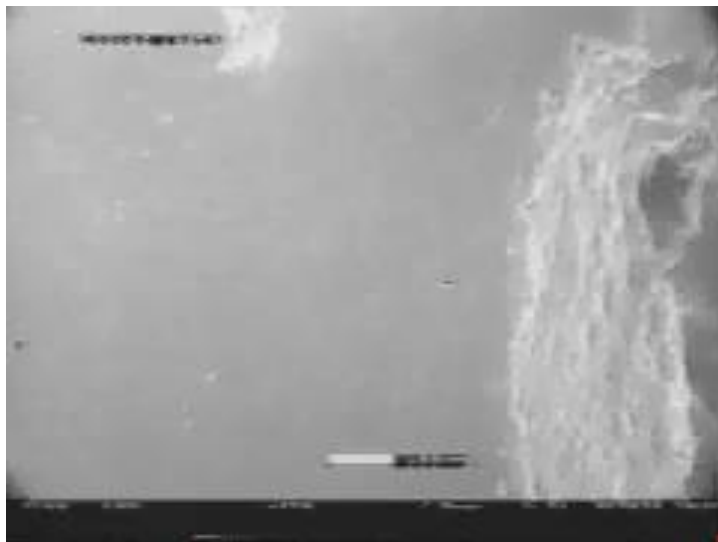
- Dissolution et recroissance de cristaux de sels à 600°C
- La pression de vapeur augmente, l'eau se dépose autour des cristaux et les dissout



# 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...)

