

TP Microscopie

Microscopie électronique à transmission (TEM)

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 passés 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. À côté de chaque question, vous trouverez les points assignés. En plus, 7 points seront assignés de la façon suivante : 2 pts pour la structure générale, 2 pts pour le texte, 2 pts pour les images, 1 pt pour l'esthétique.

1 Questions théoriques

1. *Décrivez brièvement un microscope électronique à transmission (principe de fonctionnement, différences avec un SEM, champs d'applications, limitations, etc..) (7 points)*
2. Modes de fonctionnement d'un TEM. (21 points)
*Décrivez les modes d'utilisation d'un TEM et **dessinez** les schémas des rayons pour les différents modes :*
 - *Mode image vs mode diffraction*
 - *Champ Clair (Bright field, BF) vs Champ Sombre (Dark field, DF) vs Haute-Résolution (HR). Pourquoi en mode HR on ne met pas de diaphragme objectif ?*
3. *Quelle est la différence entre les modes SAED et CBED ? (2 points)*

2 Partie expérimentale

2.1 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 (2 points)
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 (2 points)
Par rapport à quel plan aligne-t-on l'échantillon ? Expliquez.

3. Contraste de l'image, franges de Fresnel, délocalisation (2 points)
En quoi les franges de Fresnel sont-elles utiles ?
4. Astigmatisme et limitations de la résolution (4 points)
*D'où vient l'astigmatisme ? Comment est-il corrigé ?
Quels sont les autres facteurs qui limitent la résolution d'un TEM ?*
5. Modes image et diffraction (2 points)
Quel est le plan projeté lorsqu'on est en mode image ? Et lorsqu'on est en mode diffraction ?
6. Diaphragmes objectif, condenseur et sélection d'aire (4 points)
Dans quel plan se trouve le diaphragme de sélection d'aire ? E le diaphragme objectif ? Quel est l'avantage d'utiliser un diaphragme objectif (i.e. de travailler en mode champ clair (bright field, BF))

2.1 Partie 2 : Analyse d'un 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 Oxide). En plus des éléments déjà traités lors de la première partie du TP, les éléments suivants seront traités :

1. Préparation d'une lame TEM par FIB (Focused Ion Beam) (1 point)
Pourquoi une couche de carbone est-elle déposée ? En quoi est-elle utile pour les alignements dans le TEM ?
2. Diffraction sur un axe de zone (4 points)
*Comment peut-on orienter l'échantillon selon un axe de zone ?
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 les lignes de Kikuchi pour des nanoparticules de quelques nm ?
Justifiez votre réponse.*
3. Diffraction avec le diaphragme de sélection d'aire (SAED) (4 points)
*Le faisceau d'électrons est-il parallèle ou focalisé en SAED ? Qu'est-ce qu'on peut dire des couches qui forment l'échantillon ?
Le diaphragme de sélection d'aire a la même taille des couches de ITO et de silicium polycristallin. Quant on est proche d'une interface, quel phénomène est visible ?*
4. Modes champ clair et champ sombre (4 points)
*Quel diaphragme doit être inséré en mode BF/DF ?
Quels 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 (1 point)
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 ?