

## Préparation d'échantillon (pour le TEM)

Le diamètre de l'échantillon doit être entre 2.3 mm et 3 mm, son épaisseur peut varier entre 10 nm et 200 nm en fonction de la composition chimique du matériau. L'épaisseur doit être assez petite pour rendre l'échantillon transparent aux électrons.

L'échantillon doit être :

- conducteur électrique (sauf pour le ETEM) pour éviter l'effet de charge
- stable sous vide (pas volatile)
- exempt de contaminants hydrocarbures

Attention lors de la préparation à ne pas faire de dommage thermique (possibilité de changement de phase).

Il existe plusieurs types de préparations :

- mécanique (polissage mécanique, clivage, broyage, ultra-microtomie, dispersion de particules transparentes aux électrons)
- ionique (bombardement après polissage, FIB)
- chimique (attaque chimique, polissage électrolytique)
- mécanique-physique (réplique)
- physique (déposition en lame mince)

### Bombardement ionique

La préparation d'échantillons par bombardement ionique consiste à bombarder leur surface avec des ions pour l'aplanir, la nettoyer ou la polir à l'échelle nanométrique, sans utiliser de produits chimiques. Des **ions** (souvent Ar<sup>+</sup>) de quelques kV sont générés par décharge électrique. Ils ont assez d'énergie pour **arracher des atomes à la surface de l'échantillon**. Ça génère un trou avec des bords minces, assurant la présence de régions **transparentes aux électrons**. En arrachant des atomes à la surface, les plans cristallins se déforment, ce qui peut mener à une **amorphisation de la surface**.

Un autre désavantage de cette méthode est la création d'une certaine rugosité de l'échantillon.

Pour limiter les effets non désirés (artefacts), on peut diminuer la tension, la température et/ou l'angle d'incidence des canons à ions.

### Dispersion de nanoparticules/nanotubes transparents aux électrons

L'échantillon est, dans ce cas, constitué de toutes **petites particules transparentes aux électrons**. La méthode consiste à les répartir uniformément sur un support transparent aux électrons (film de carbone) afin qu'elles soient suffisamment espacées pour être observées individuellement. Le but est d'avoir des particules propres et bien dispersées sur le support adéquat.

Comme elles sont très fines et peu denses, elles sont transparentes aux électrons, ce qui permet d'obtenir des images nettes sans blocage du faisceau. La préparation doit se faire sous chapelle. Il existe différentes grilles de support en fonction de l'analyse à effectuer et de la géométrie des particules. Pour disperser les particules, des **solvants** (polaires ou apolaires) ou des **ultrasons** peuvent être utilisés de manière à bien répartir les particules sans amas. Dans le cas des solvants, l'objectif est donc que les interactions solvant-particules soient plus fortes que les interactions particule-particule.

## Orientation de l'échantillon

La **vue en plan** est une observation parallèle à l'axe de croissance ou à l'axe préférentiel du matériau. Il est possible d'observer des défauts cristallins, de plans etc. Lors d'une préparation ionique ou mécanique pour une vue en plan, plusieurs dégâts peuvent apparaître comme des **dislocations**, des dégâts **d'irradiation**, une **amorphisation** des couches de surface ou encore une **modification de la composition chimique**.

La **coupe transversale** permet une observation perpendiculaire à l'axe de croissance ou préférentiel du matériau. L'isotropie du matériau le long de l'axe ou encore l'épaisseur des différentes couches peuvent être observées. Par contre, la **surface observable est petite**.

## Préparation mécanique

La **technique du tripode** permet un **amincissement mécanique**, en biseau, jusqu'à la transparence aux électrons ou nécessitant très peu de temps de bombardement ionique supplémentaire.

Elle peut être utilisée pour une vue en plan, une coupe transverse ou une orientation quelconque.

La **méthode du point clivé** est une technique de préparation d'échantillons extrêmement rapide et efficace, principalement utilisée pour obtenir des faces d'analyse lisses à partir de **monocristaux** de très petite taille (environ 0.5 mm×0.5 mm). Elle exploite le phénomène naturel du **clivage**, qui est la tendance d'un cristal à se fracturer de manière **nette et régulière** le long de ses plans cristallins les plus doux (plans de clivage). Un avantage majeur de cette méthode est qu'elle garantit une **épaisseur d'échantillon parfaitement connue et uniforme** à l'interface, ce qui permet aux mesures optiques ultérieures de dépendre uniquement des variations de **composition chimique** le long de cette coupe. Cette technique est particulièrement précieuse pour l'étude des structures fines comme les **puits quantiques**, car elle révèle leur architecture interne sans dommage.

L'**ultramicrotomie** est une méthode de préparation consistant à couper des sections ultrafines, généralement de 50 à 100 nanomètres d'épaisseur, à l'aide d'un microtome de précision équipé d'une lame diamant. Il est possible de varier la vitesse de coupe ainsi que la taille. Pour cette méthode, l'échantillon doit être le plus petit possible, de l'ordre du micron, et peut être enrobé avec de la résine pour améliorer la dureté. La collecte des coupes se fait souvent dans l'eau.

## Préparation chimique

Une dernière méthode est le **polissage électrolytique**. C'est une technique d'amincissement et de polissage utilisée pour préparer des échantillons métalliques (et certains alliages) destinés à la microscopie électronique en transmission (TEM). Il repose sur une dissolution anodique contrôlée de la surface pour la rendre plus lisse et propre. La combinaison électrolytique et le champ électrique attaquent la surface de l'échantillon jusqu'à l'apparition d'un trou, dont les bords seront minces et transparents aux électrons.