

Résumé de Microscopie - Préparation d'échantillon

Bonne préparation d'un échantillon = 50% de la réussite des analyses

Taille d'un échantillon

- Diamètre impératif : 2,3 mm ou 3 mm (si l'échantillon est plus petit que 2,3 mm il faut le mettre sur un support)
- Épaisseur : entre 10 et 200 nm (dépend de la composition chimique du matériau ou du type d'analyse qu'on veut faire, EELS, diffraction...)

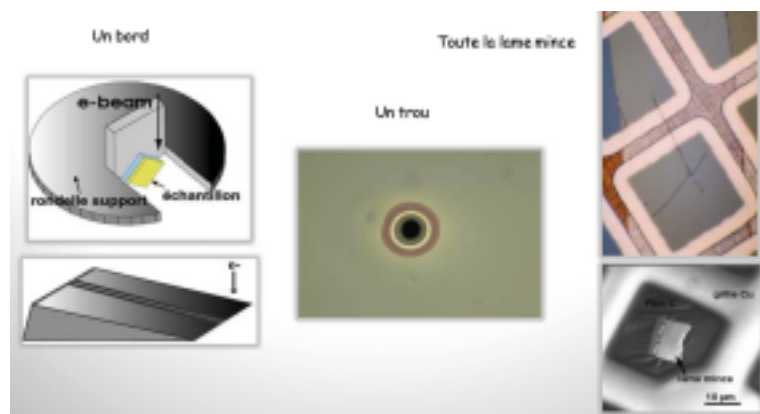
L'échantillon doit être conducteur pour éviter les effets de charge et stable sous vide. Il ne doit pas contenir de contaminants hydrocarbures qui vont se concentrer sous le faisceau et qui empêchent l'observation. Il faut éviter les artefacts de préparation.

La démarche à suivre

Matériaux poreux: Remplir les pores de résine pour ne pas déformer les diamètres des pores à cause d'abrasions mécaniques.

Matériaux liquides: Remplacer la phase liquide par une résine pour conserver la structure.

Direction d'observation :



La coupe transverse:

Observation perpendiculaire à l'axe de croissance ou préférentiel du matériau. Observation de l'anisotropie le long de l'axe. Mesure de l'épaisseur et détermination de la structure des

couches.

Avantage: Observation de l'anisotropie le long de l'axe.

Désavantages: Petite surface observable.

La vue en plan:

Observation parallèle à l'axe de croissance ou à l'axe préférentiel du matériau. Observation des défauts cristallins linéaires (dislocations), défauts de plans (macles), précipitations et interfaces granulaires.

Avantage: Grande surface observable.

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

Artefacts de préparation

- Il faut enrober de résine pour combler les fractures avant de polir. Sinon risque de créer de nouvelles fractures.
- Des inclusions peuvent être arrachées pendant le polissage et il ne reste que des trous.
- Les grains de diamant peuvent s'incruster lors du polissage. Peut être confondu avec du carbone.
- Les rayures ne sont pas négligeables, elles peuvent engendrer des dislocations internes.
- Modifier la température peut provoquer des transformations de phase.

Types de préparation

Mécanique :

1. Polissage mécanique

- Polissage à l'aide d'une pâte à base de diamants jusqu'à la transparence aux électrons (en biseau)
- Avantage : Éviter les longs temps d'exposition.
- Désavantages : Production de chaleur qui peut provoquer des transformations de phase, inclusions arrachées ou diamants coincés dans la surface.

2. Méthode du coin clivé (bord)

- L'observation est faite dans le plan des interfaces. Le clivage utilise le fait que les cristaux peuvent se séparer selon des plans faiblement liés entre eux : obtention d'un carré et observation du coin.

- Les interfaces sont mises en évidence par une discontinuité des franges parallèlement à l'arête du coin. Le profil des franges d'égale épaisseur dépend alors uniquement de la composition chimique : analyse de la composition chimique.
- Avantage : Connaître l'épaisseur qui est constante au niveau atomique, préparation rapide et échantillon de petite taille.
- Direction d'observation : Plan des interfaces.

3. L'ultra-microtomie

- Découpage d'un échantillon enrobé de résine (ou non pour les métaux durs) à l'aide d'un couteau en diamant. Utilisée pour les poudres, les multicouches, ou les échantillons massifs.
- L'angle du couteau est important, plus il est fin plus la coupe se fait sans compression de l'échantillon.
- Le choix de la résine est le résultat d'un compromis entre la compression lors de la découpe, l'adhésion à l'échantillon et la résistance au faisceau d'électrons.
- Avantages : Plusieurs lames, l'opérateur peut choisir l'épaisseur, création d'échantillons pour les SEM et les TEM, utilisable pour les matériaux mous, mous-durs ou même poreux.
- Désavantages : Pas utilisable pour les matériaux fragiles, compression mécanique peut induire des défauts.
- Direction d'observation : Direction quelconque.

4. Dispersion de nanoparticules (transparentes aux électrons)

- Dispersion diluée homogène à l'aide d'un dispersant polaire ou apolaire en fonction de l'échantillon. Il faut éviter au maximum les contaminants et les agglomérats qui réduisent les contrastes. La suspension est déposée puis séchée avant l'analyse.
- Utilisation d'une grille de support en cuivre avec un film de carbone à la surface (en général) mais cela dépend du matériaux utilisé, il faut éviter un chevauchement de pics en EDS. Les particules sont déposées sur le film de carbone (continu ou avec des trous).
- Désavantage : Être prudent car les particules sont souvent petites (nm) et très réactives.
- Direction d'observation : Aléatoire.

5. Méthode du tripode

- Amincissement mécanique en biseau nécessitant peu de bombardement ionique.
- Un sandwich de matériaux est produit : une des couches ne doit pas être abîmée pour être observée, l'autre couche sera amincie. Un bombardement

ionique peut être effectué pour voir l'interface entre les deux couches ou l'échantillon sera poli. Grâce à un polissoir en tripode et un disque diamanté, le sandwich peut être biseauté avec précision.

- Avantages : permet d'observer des coupes transverses, l'observation de l'anisotropie le long de l'axe, évite le bombardement ionique (seulement pour certains matériaux) mais il est souvent nécessaire pour éliminer les dégâts de surface, analyse possible de poudres et nanofils.
- Désavantage : observation de petite surface, si le polissage miroir est mal fait et qu'il reste des fissures, lors du biseautage l'échantillon va se fracturer. -
- Direction d'observation : Vue en plan, coupe transverse, direction quelconque.

Ionique :

1. Bombardement ionique

- Des ions créés par une décharge électrique sur un gaz neutre (Argon) sont projetés sur la surface de l'échantillon en rotation et arrachent petit à petit les atomes à sa surface, créant ainsi un trou dont le bord est suffisamment mince pour être observé.
- Avantage : Basse tension.
- Désavantages : Production de chaleur donc besoin de refroidissement. Peut causer une création de rugosité, d'une couche amorphe à la surface (incrustation d'ions d'Argon), décomposition ou modification de la stoechiométrie (attaque privilégiée à l'interface entre deux phases ou grains), génération de dislocations. Nombreux artéfacts à éviter : en baissant la tension d'utilisation, la température de l'échantillon et l'angle d'incidence.

2. FIB (focused ion beam)

- Découpage de l'échantillon à partir d'un faisceau d'ions (Gallium).
- L'échantillon est posé dans un microscope et la surface est protégée grâce à un dépôt (tungstène ou carbone). Des tranchées sont créées d'une part et d'autre grâce au faisceau d'ions.
- Avec une aiguille, la lame est soudée puis la découpe de la lamelle peut continuer. L'affinage continue toujours avec le faisceau.
- Avantage : Peut être utilisé sur les échantillons massifs mais permet de cibler un endroit précis de l'échantillon.
- Désavantages : Mêmes du "Bombardement ionique".
- Direction d'observation : Vue en plan, coupe transversale, direction quelconque.

Chimique :

1. Polissage électrolytique

- Dissolution d'une surface polie préalablement, créant un trou dont les bords sont observables. La cellule électrolytique est composée d'un réservoir (acide-base ou liquide ionisable), d'une source de courant, d'une cathode et d'une anode (échantillon).
- Permet d'observer les dislocations, macles, interfaces granulaires et précipités.
- Nivellement des rugosités : La densité de courant est proportionnelle au gradient donc plus forte sur les pointes et plus faible dans les creux.
- Avantage : Pas de création de dislocations, permet ainsi d'en observer.
- Désavantages : Difficile à mettre en place. Risque d'attaque préférentielle, dissolution d'une phase ou de l'interface. Éventuellement couche résiduelle d'oxyde en surface.
- Direction d'observation : Vue en plan.

2. Attaque chimique

- Moins contrôlable que le polissage électrolytique (même principe mais à partir d'une solution réactive). Utilisé pour les matériaux non-conducteurs.
- Désavantages : Attaque préférentielle au niveau des dislocations. Éventuellement couche résiduelle d'oxyde en surface.
- Direction d'observation : Vue en plan ou coupe transverse.