Les techniques expérimentales

III - Les Techniques d’observation

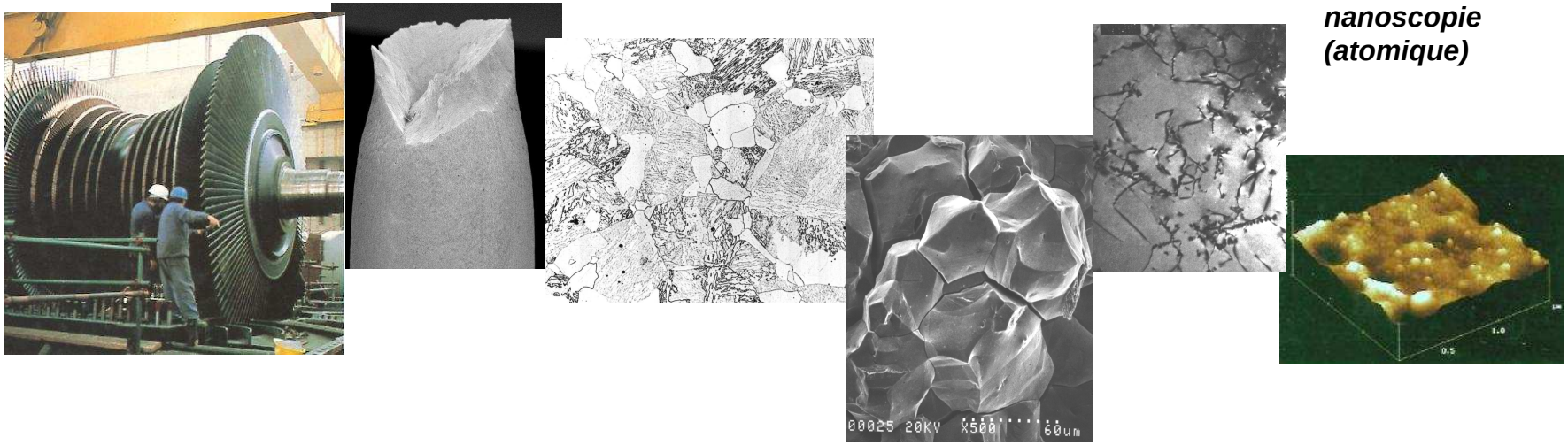
Les techniques d'observation et les différentes échelles

microscopie

macroscopie

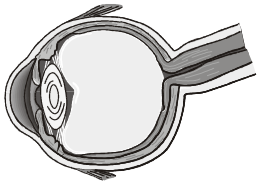
microstructure

nanoscopie (atomique)



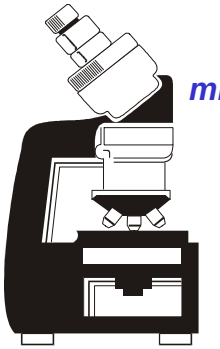
m — cm — mm — µm — nm — Å

mécanique



oeil

mécanique de la rupture



micrographie

microscopie optique

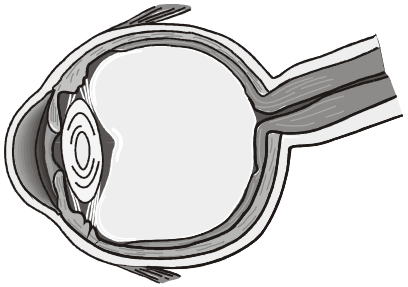
fractographie

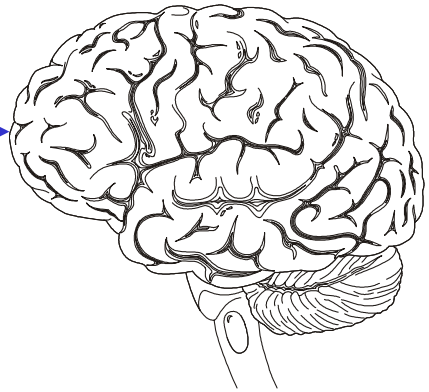
chimie et physique du solide

microscopies à champ proche (AFM, STM) Sonde Atomique°

microscopie électronique

Œil + cerveau





- premier instrument d'observation…

- élément final indispensable de tout instrument…

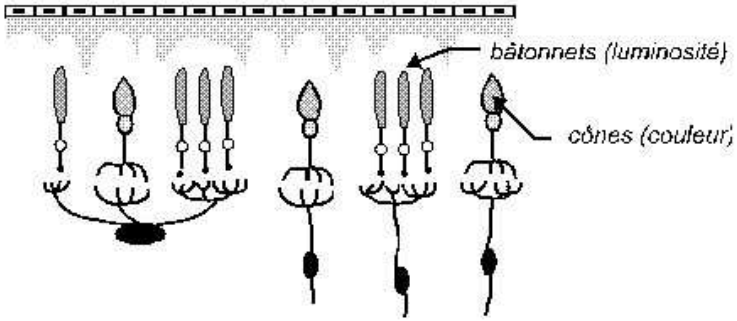
- sert à interpréter les images observées…

- remarquable instrument mais…

- *a des limites*
- *peut facilement être abusé*

-sensibilité :
- 20 niveaux de gris environ…
- plusieurs dizaines de milliers de nuances chromatiques…

quelques informations supplémentaires sur l'œil…

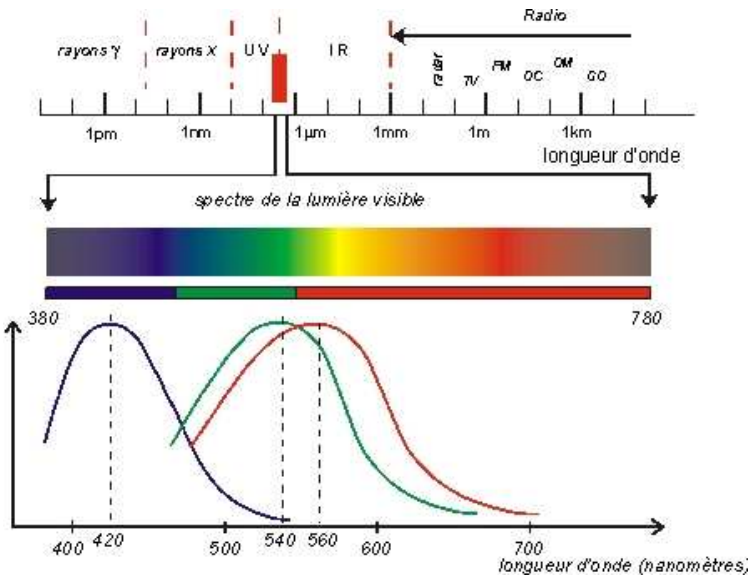


structure de la rétine

La rétine comporte 7 millions de cônes, sensibles aux formes et aux couleurs (soit environ 750000 nuances chromatiques différentes)
et 130 millions de bâtonnets, sensibles à la lumière (vison corpusculaire et monochrome)

vision des couleurs

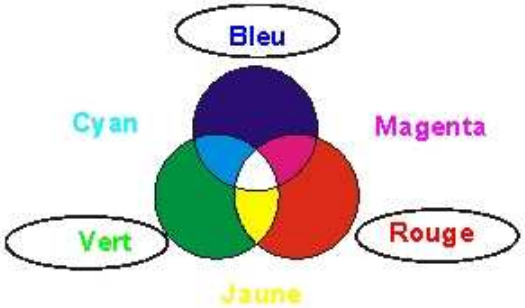
L'œil humain possède 3 récepteurs différents (trichromie) :
bleu, vert et rouge (les gènes responsables de ces 2 derniers sont sur le chromosome X ce qui explique certains troubles de la vision (daltonisme) presque exclusivement réservés à l'homme …



vision des couleurs (suite)

Synthèse additive (RVB)

oeil (cônes), écran

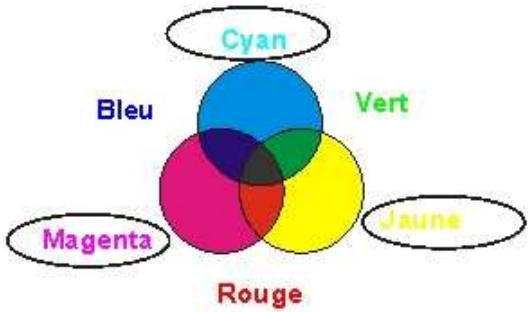


Bleu, Vert, Rouge } **couleurs fondamentales**

Cyan, Jaune, Magenta } **couleurs complémentaires**

Synthèse soustractive (CMJ)

imprimante



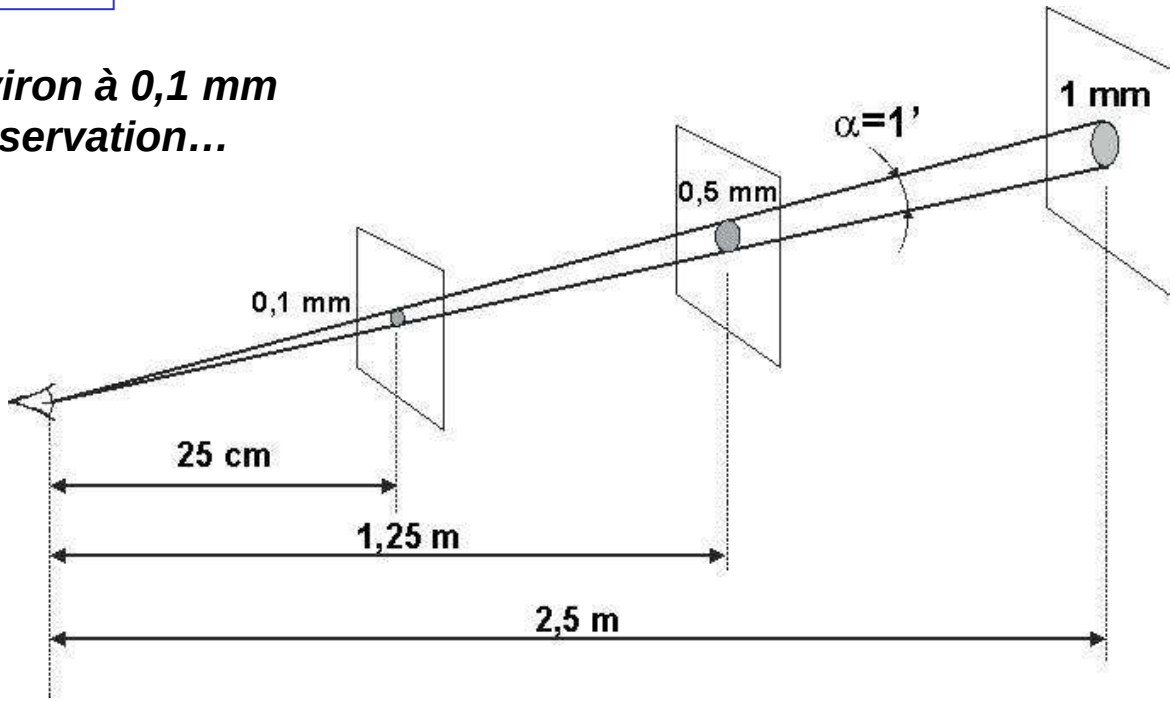
Cyan, Jaune, Magenta } **couleurs primaires**

+ noir

(quadrichromie)

résolution : 1 minute d'arc

Cela correspond environ à 0,1 mm sur un écran d'observation…



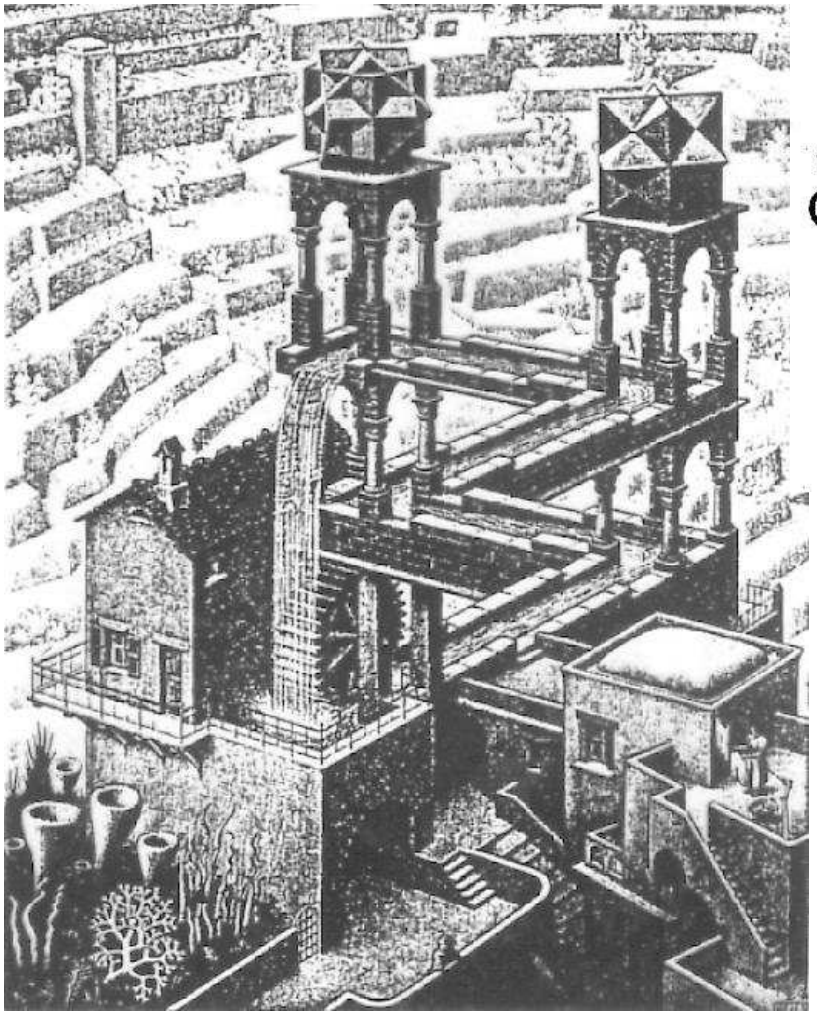
Conséquences :

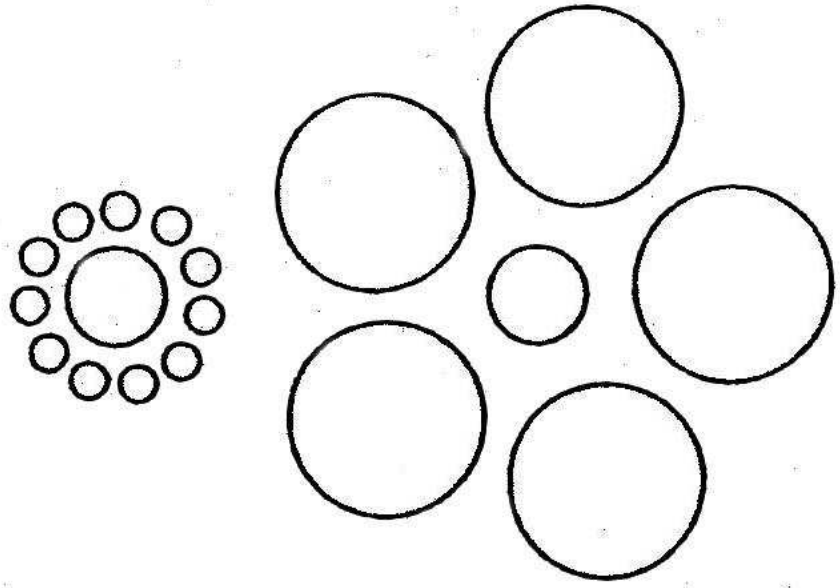
C'est la première limite :
pour qu'une image soit « nette » (=pas de flou apparent) la dimension du « pixel » (point image élémentaire) sur l'écran ou la photo doit être inférieure à la résolution de l'œil…

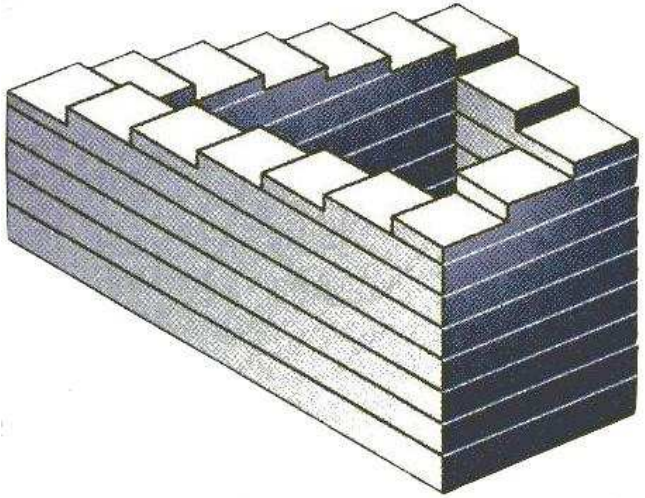
- en imagerie numérique, impose un nombre minimum de pixels (1000 au moins)

- en microscopie électronique à balayage, relation entre le grandissement et la taille maximale de la sonde ….

! ***on le trompe facilement !***







Compléments sur les images numériques

une image est définie par 3 nombres :

- **le nombre de pixels horizontaux x (« ligne »)**
- **le nombre de pixel verticaux y**

} **définition**

- **la profondeur en bits**

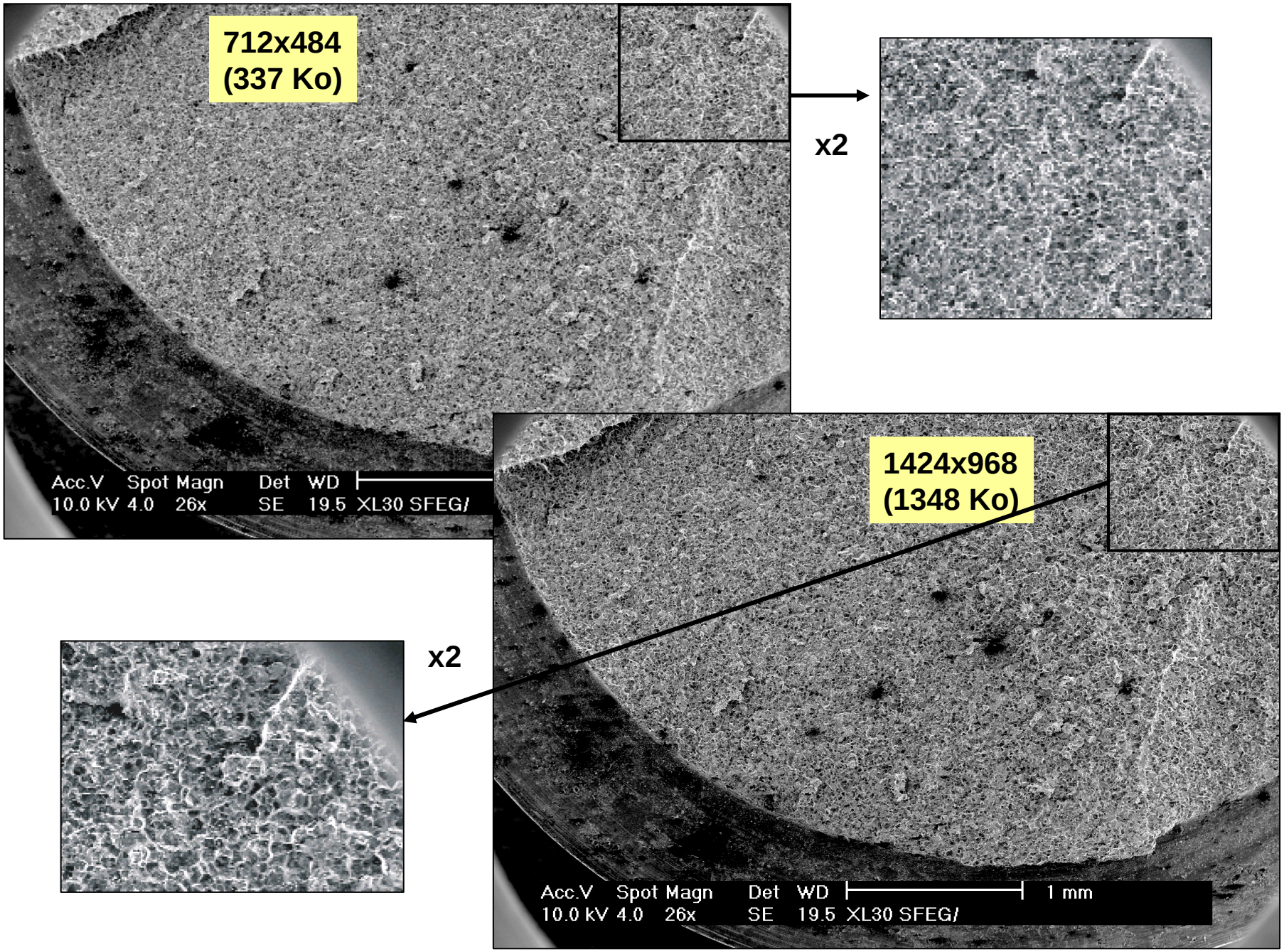
ce dernier nombre détermine le nombre de niveaux de gris ou de couleurs de la photo x et y représente la définition de l'image…

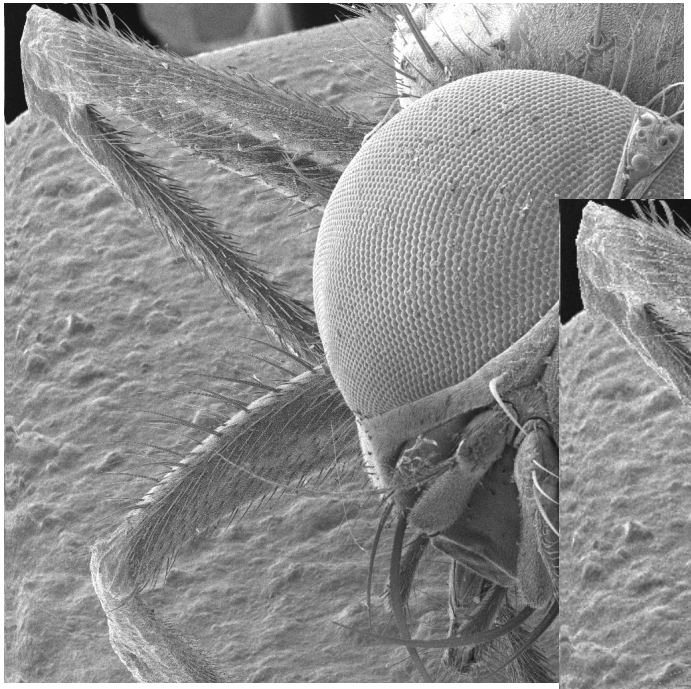
Ne pas oublier que la sensibilité de l'œil en niveau de gris est médiocre (quelques dizaines), le codage sur 8 bits (1 octet)(256 niveaux de gris) est donc largement suffisant…

la sensibilité aux nuances chromatiques est beaucoup plus élevée (plusieurs dizaines de milliers) donc les images couleurs pourront être codée sur 16, 24, 32 bits…

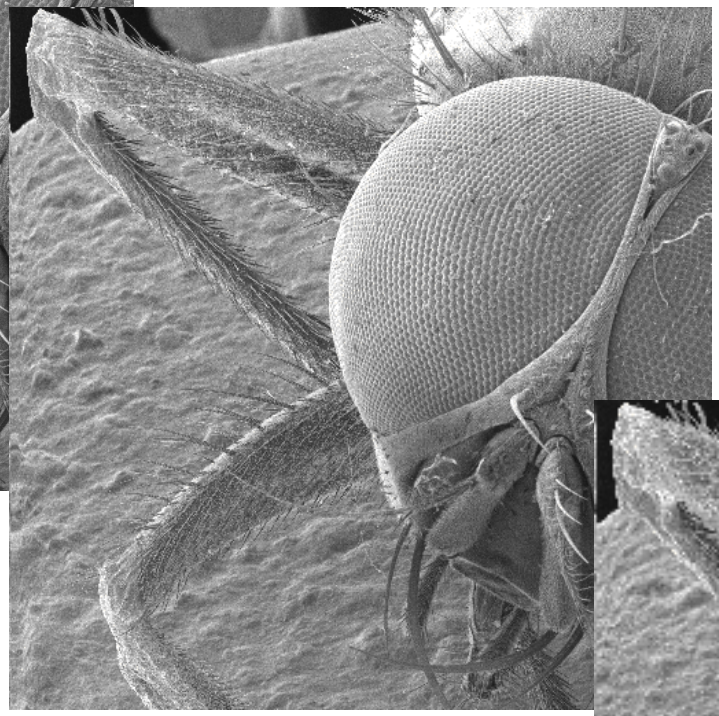
En résumé :

- ***La définition d'une image doit être suffisamment élevée pour que l'œil ne puisse pas distinguer les pixels : en général 1000 pixels/ligne est suffisant (sauf s'il faut agrandir l'image)***
- ***Pour la profondeur, en imagerie N&B (MEB, TEM…) on se contente généralement de 8 bits/pixel***
- ***L'imagerie couleur est codée généralement en 16 bits (65000 couleurs) mais on aller jusqu'à 24 à 32 bits/pixel***

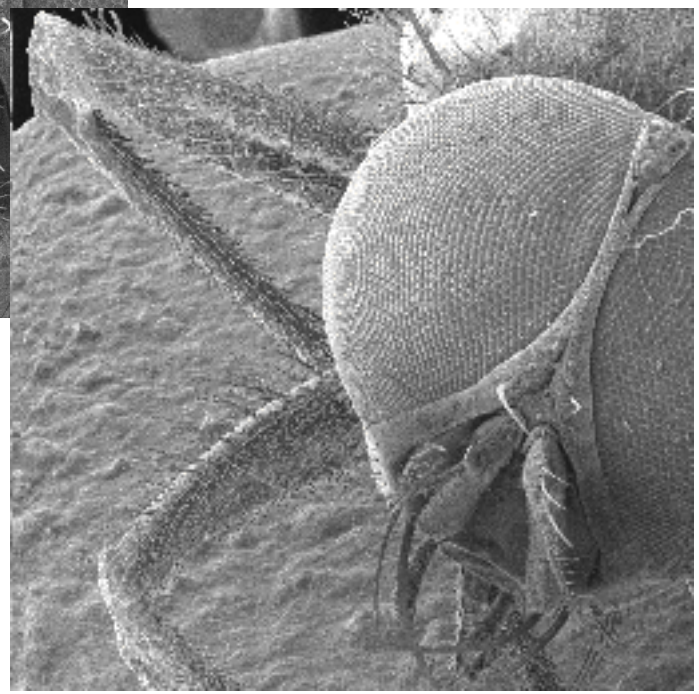

712x484
(337 Ko)
x2
Acc.V Spot Magn Det WD
10.0 kV 4.0 26x SE 19.5 XL30 SFEG/
1424x968
(1348 Ko)
x2
Acc.V Spot Magn Det WD 1 mm
10.0 kV 4.0 26x SE 19.5 XL30 SFEG/



1024x1024
1224 Ko



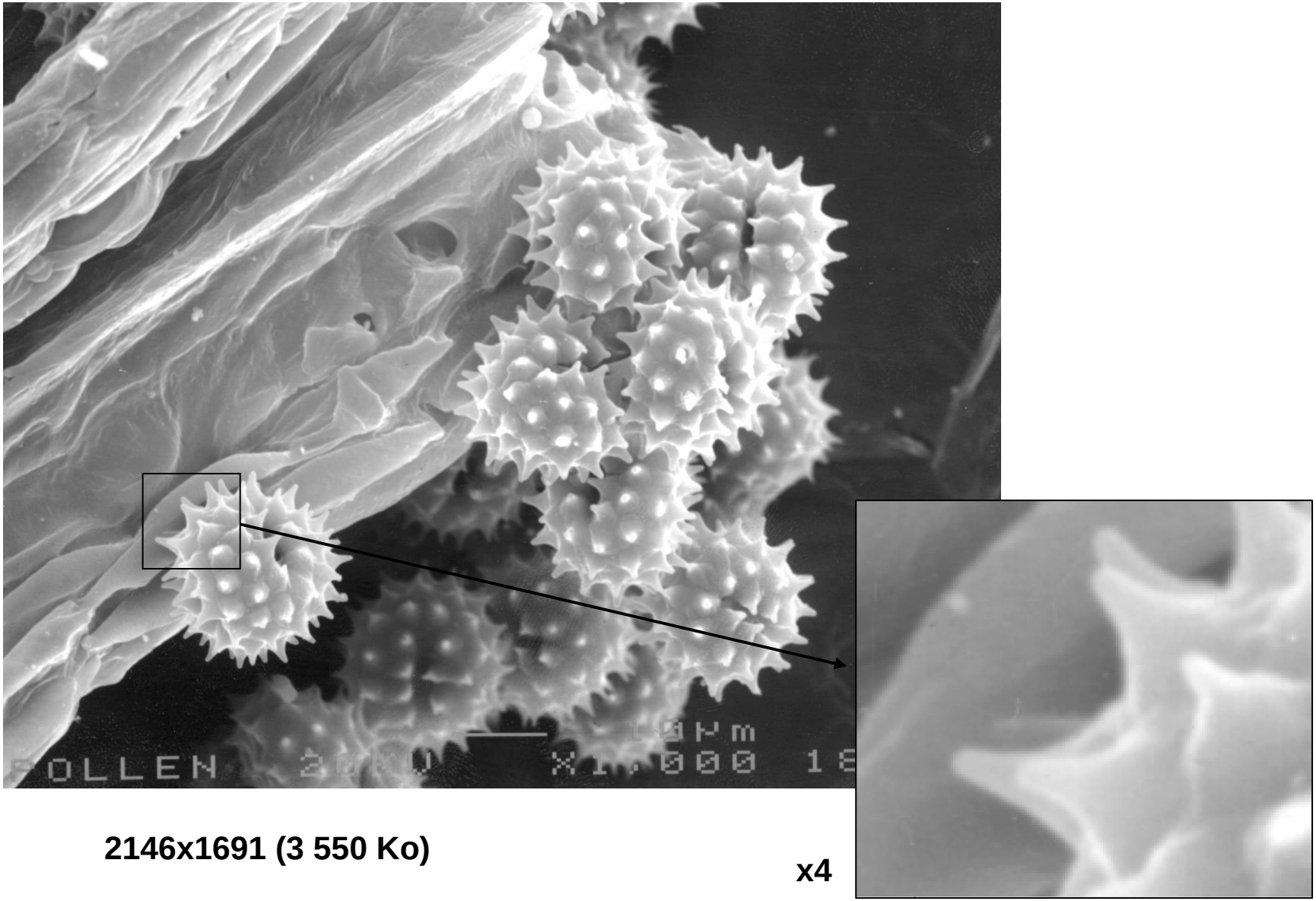
512x512
258 Ko



256x256
66 Ko

Influence de la définition de l'image

TIFF – 256 niveaux de gris



2146x1691 (3 550 Ko)

x4

même en agrandissant fortement l'image on ne distingue pas les pixels

Les formats d'images

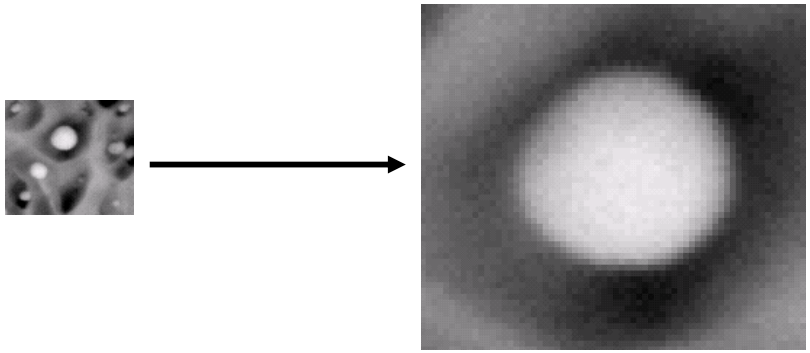
des formats « propriétaires » non exportables ont été remplacés ou complétés par des formats standards « universels »

Il faut distinguer :
- **images « bit-map »**
- **images binaires (« seuillées »**
- **images vectorielles**
- **images comprimées**
    - **sans perte d'information**
    - **avec perte d'information**

Images bit-map :
chaque pixel de l'image est stockée sous la forme d'un nombre (« profondeur »

Tif, GIF, BMP, PCX, JPEG …

MEB, Photo, scanner, écran …



le grandissement de l'image provoque l'apparition des pixels

Images bit-map et binaires

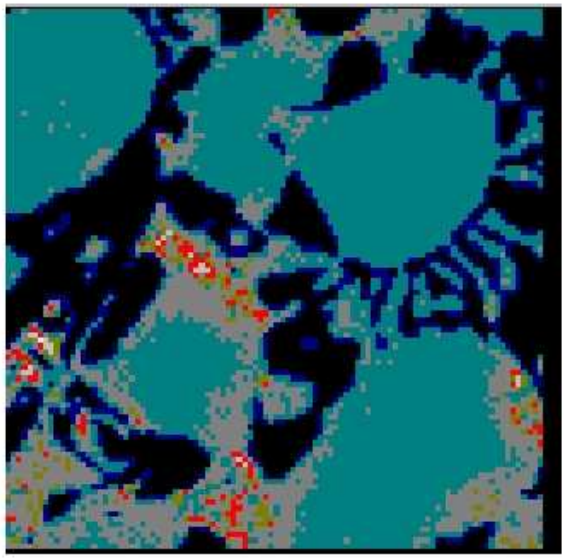


image "bitmap"
(100x100x8 bits)

un octet par pixel

.....
C0 C1 B2 FF 54 63 A1...
89 88 87 54 B2 C3...
...

(notation hexadécimale)

un bit par pixel

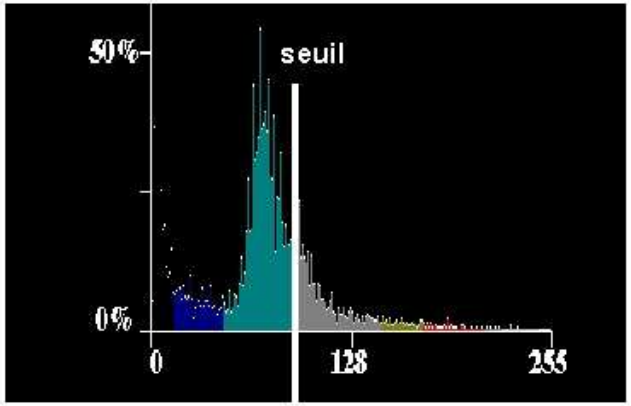
pixel "blanc"

pixel "noir"

1111 1111

1100 0000

.....
FF FF FF FF C0 00 00...
...



histogramme des
niveaux de couleur

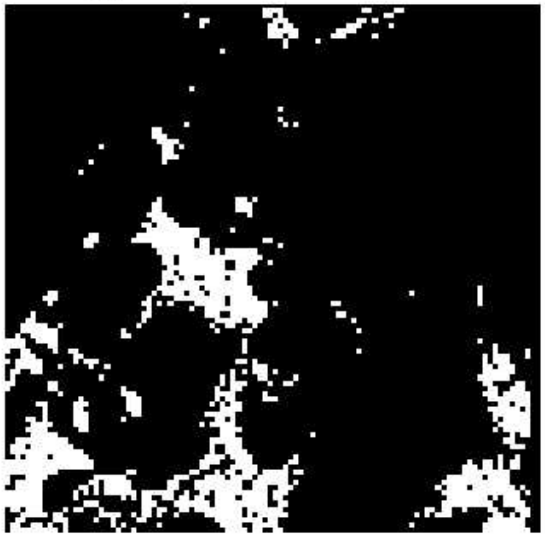


image binaire ("seuillée")

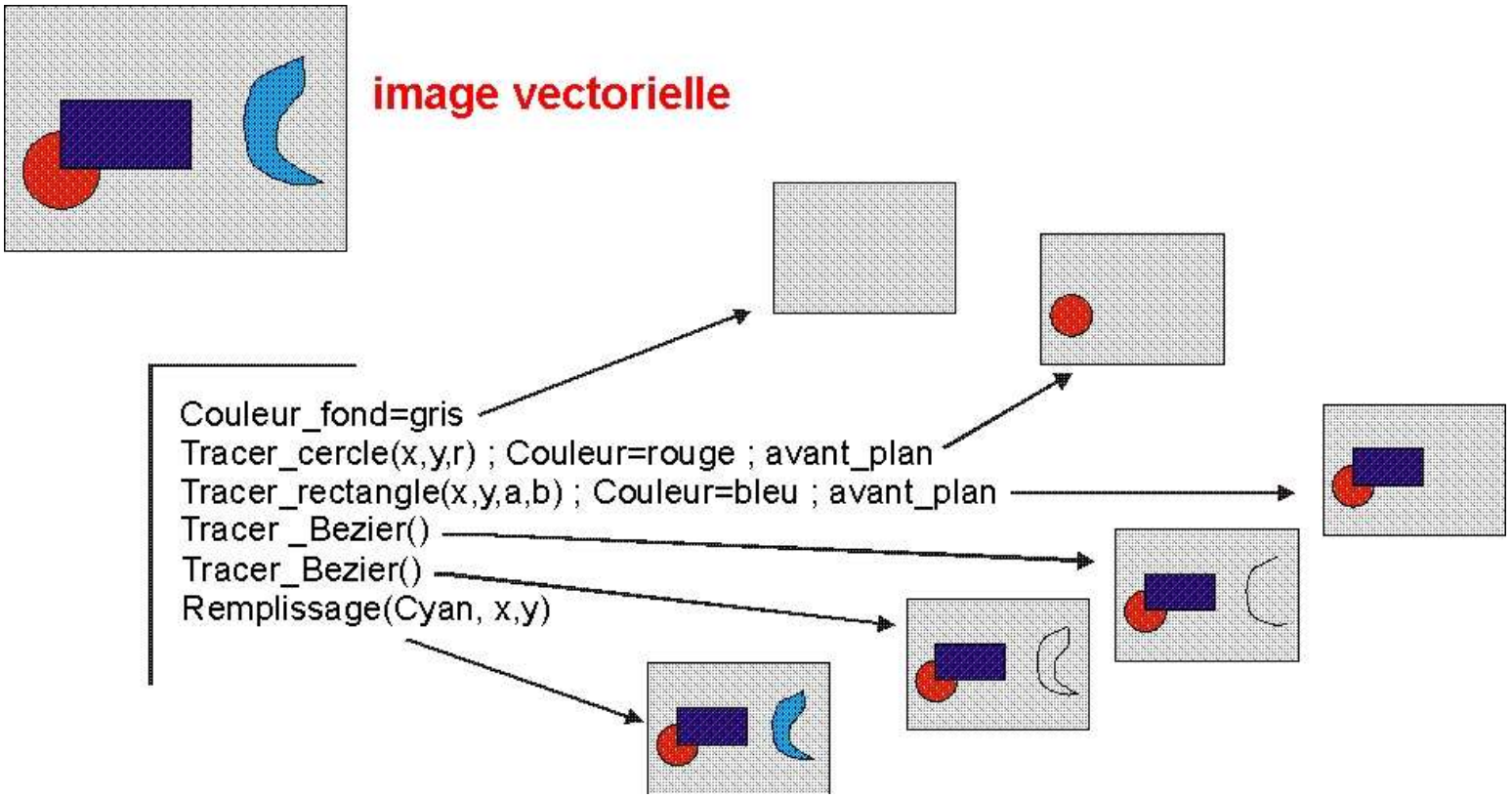


Image stockée sous la forme d'instructions

faible poids

insensible au grandissement (modification des paramètres)

doit être transformée en bit-map pour être visionnée

logiciel de dessins : Corel-Draw, Designer …

Les principaux formats d'images bit-map

1) Le format TIFF

Tagged image file format

Conçu par Adobe et Microsoft pour être universel (logiciel, systèmes d'exploitation etc.)

- **peut gérer toutes les profondeurs : niveaux de gris (8bits), couleurs (16, 24, 32 bits)**
- **peut être compressé sans perte d'information par LZW, Huffman ou RLE**

structure d'un fichier Tif :

- **en-tête (8 octets)**
- **nombre de « tags » (2 octets)**
- **les n tags (n fois 12 octets)**
  ces tags définissent au moins la largeur et la longueur de l'image et le nombre de bits par pixel
- **la suite des pixels *(selon la valeur définie précédemment)***

la taille d'un fichier Tiff est égale au nombre de pixels multiplié par le nombre d'octet par pixel, plus environ 2Ko de tags

exemple : 1424x968 en 8 bits : 1.368.432 pixels soit 1346,125 Ko (1348 Ko)

2) Le format BMP

développé par Microsoft

plus simple que le Tiff mais moins universel…

Sa dimension est identique à celle du Tiff (profondeur 8, 16 ou 32)
elle peut être comprimée par RLE

3) Le format GIF

Graphic Interchange Format, développé par Compuserve pour des échanges sur Internet

- 256 couleurs au maximum (8 bits)
- compression LZW

➜ ***petite taille***

deux formats :

- GIF87 (1987) : format standard
- GIF89a (1989) : permet des animations d'images et des effets d'entrelacement (amélioration progressive de la qualité d'image lors du téléchargement)

Autres formats

TGA (Targa Truevision)(Truevision)

16, 24 ou 32 bits/pixel

PCX (PC Paintbrush)(Zsoft)

4 ou 8 bits/pixel (16 ou 256 couleurs)

PIC (PC Paint File)(PC Paint)

RAS (Raster File Format)(Sun Microsytems)(UNIX)

EPS (Encapsuled PostScript)(Adobe)

contient toute sorte d'information (images vectorielles, objets, texte
en langage postscript en vue d'une impression
peut être comprimé (Jpeg)

PICT (MacIntosh Picture ou QuickDrawPicture)

jusqu'à 24 bits/pixel

La compression des images

Afin de réduire la taille des fichiers, des techniques de compression ont été développées

On peut distinguer :

les compressions sans perte d'information
(lossless compression)

Huffmann
LZW (Lempel-Zil-Welch)
RLE (Run Length Encoding)
…

les compressions avec perte d'information
(lossy compression)

JPEG
ondelettes

les compressions sans perte d'information

recherche de suites d'informations identiques ou de groupements pour les remplacer par des symboles moins « encombrants »

1) – Compression Huffmann

Codage des signes ou valeurs des pixels en fonction inverse de leur probabilité d'apparition par construction d'un arbre binaire « enfants-parents »
Cet arbre se construit du bas (moins probable) vers le haut (plus probable)
Les groupes de signes sont remplacés par un code.

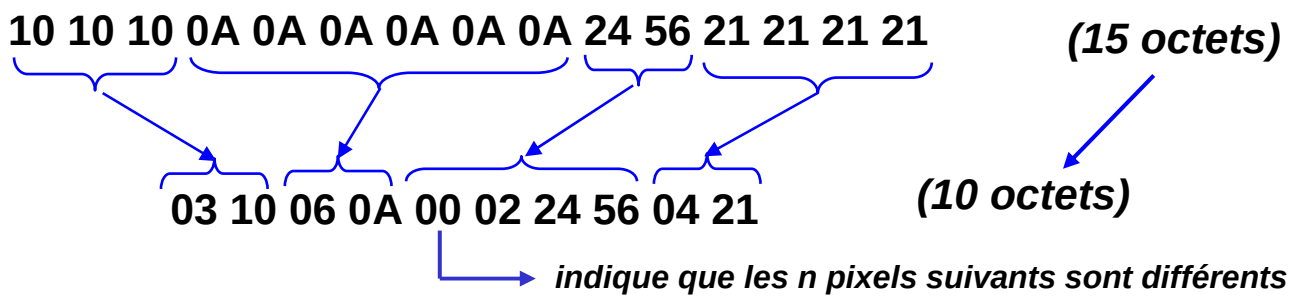
2) – Compression LZW (Lempel- Zil-Welch

Utilisée pour les fichier TIFF comprimé et par PKZip

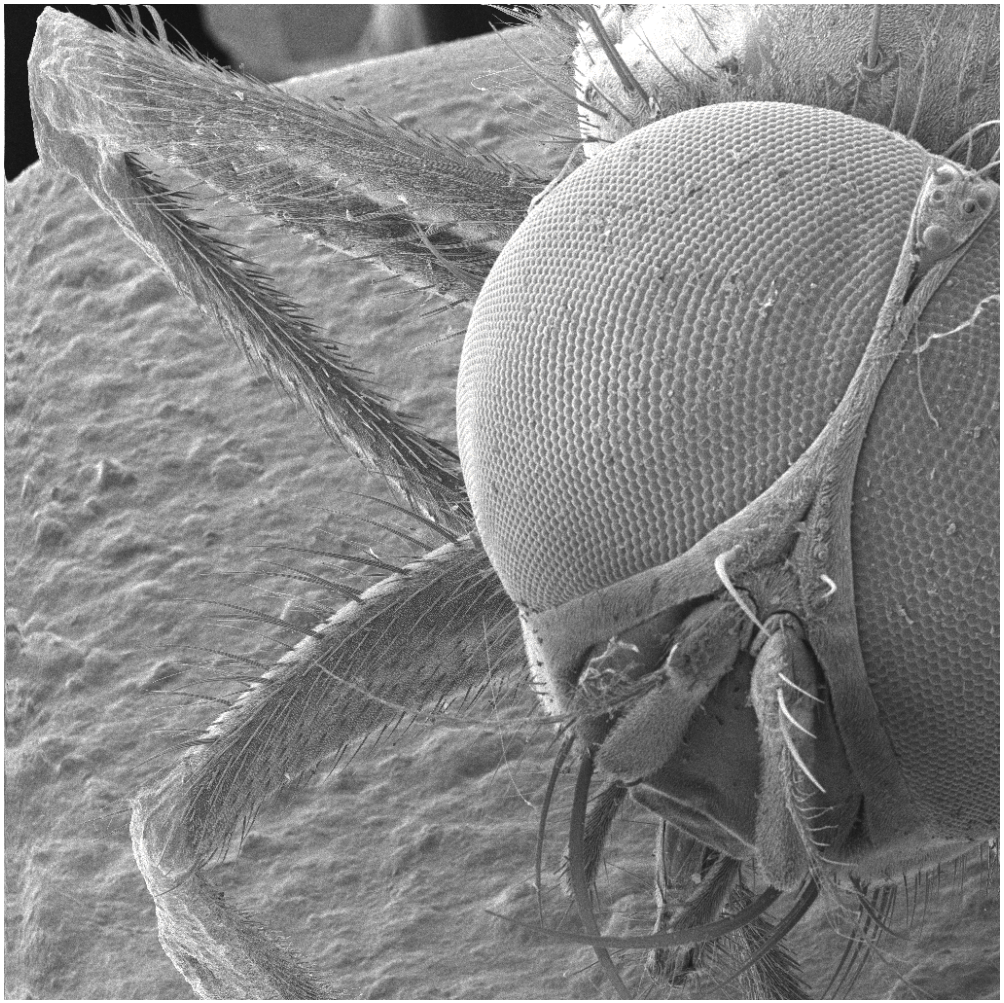
On construit un « dictionnaire » des répétitions qui sont remplacées dans le fichier par le numéro d'entrée dans le dictionnaire

3) – Compression RLE (Run Length Encoding)

applicable aux images : un groupe consécutif de plus de 2 pixels identiques est remplacé par le nombre de pixels et la valeur du pixel

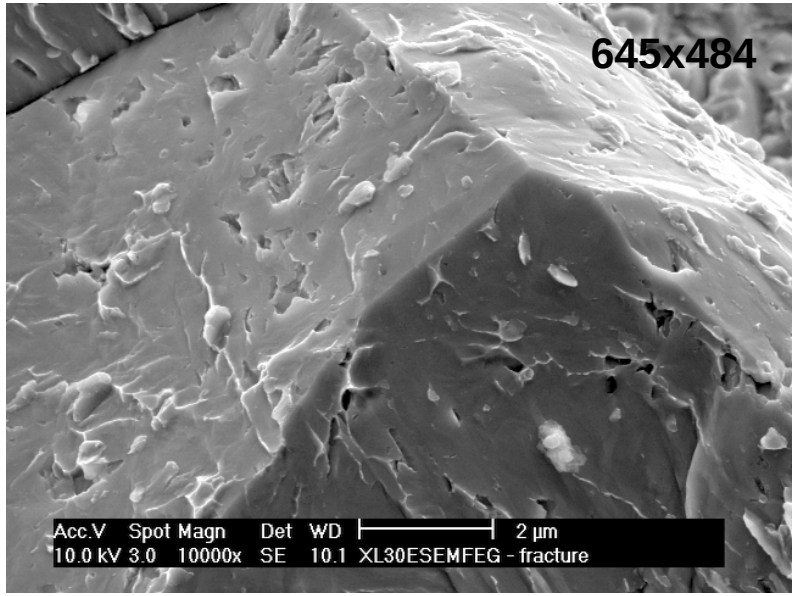


Une image complexe (variations importantes d'un pixel à l'autre) peut être plus « lourde » une fois comprimée qu'avant !



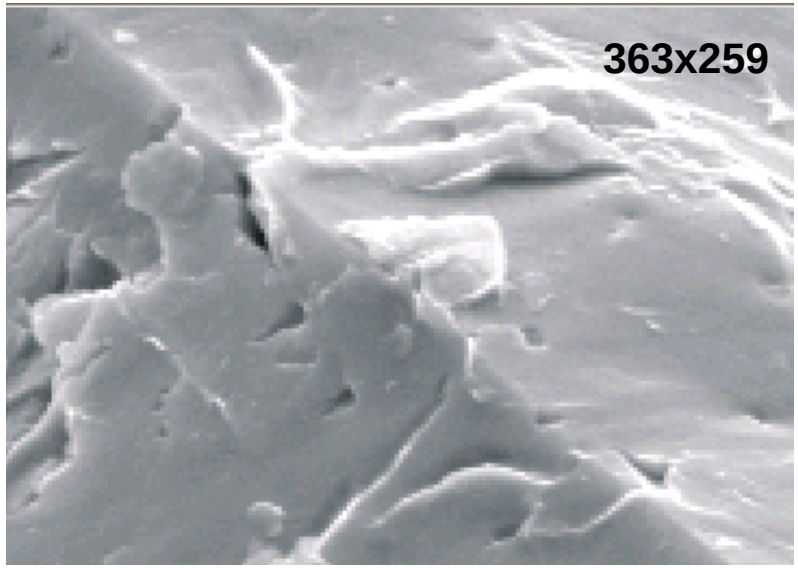
Tiff non comprimée : 1026 Ko

Tiff comprimé (LZW) : 1224Ko



avant compression : 306Ko
après compression LZW : 228Ko
taux de compression : 25%

Une image présentant de grandes zones homogènes pourra avoir un taux de compression plus élevé…



avant compression : 276Ko
après compression LZW : 66Ko
taux de compression : 76%

les compressions avec perte d'information

compression jpeg (Joint Photographic Expert Group)

permet d'obtenir de très forts taux de compression (100 ou plus) mais au prix d'une perte d'information irrémédiable…

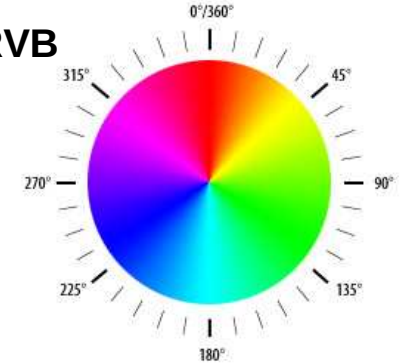
applicable aux images en niveaux de gris (8 et 16 bits/pixel)
et aux images couleurs (24 et 32 bits/pixel)

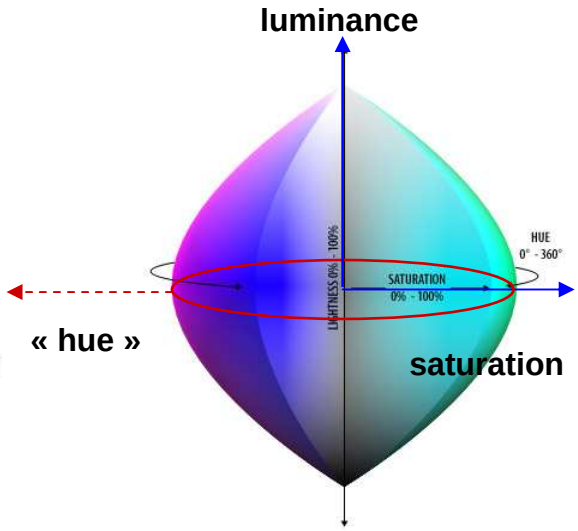
Basé sur le principe que l'œil est plus sensible à de faibles variations de luminosité que de variations de nuances chromatiques…

La compression Jpeg s'opère en 3 étapes :

1) On remplace la table des couleurs RVB par une table HSL (Hue-Saturation-Luminance) (nuance-saturation-luminance)

(pour les images couleurs)

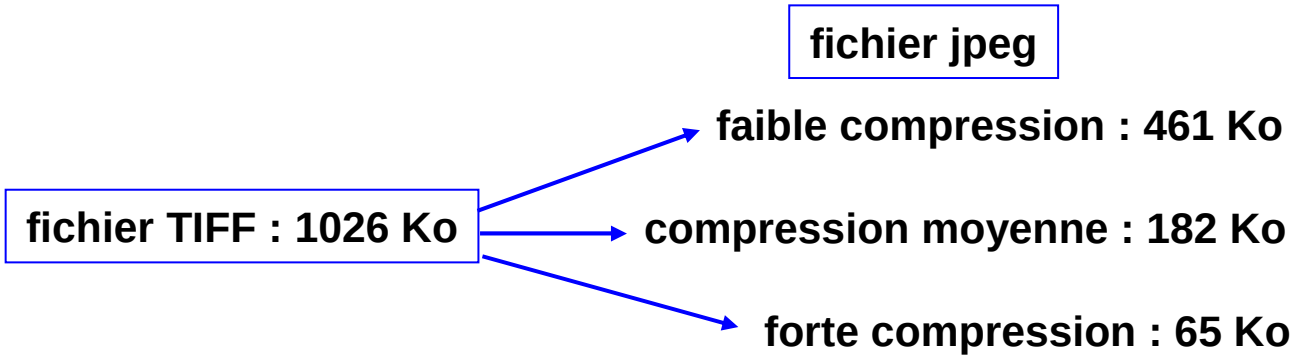




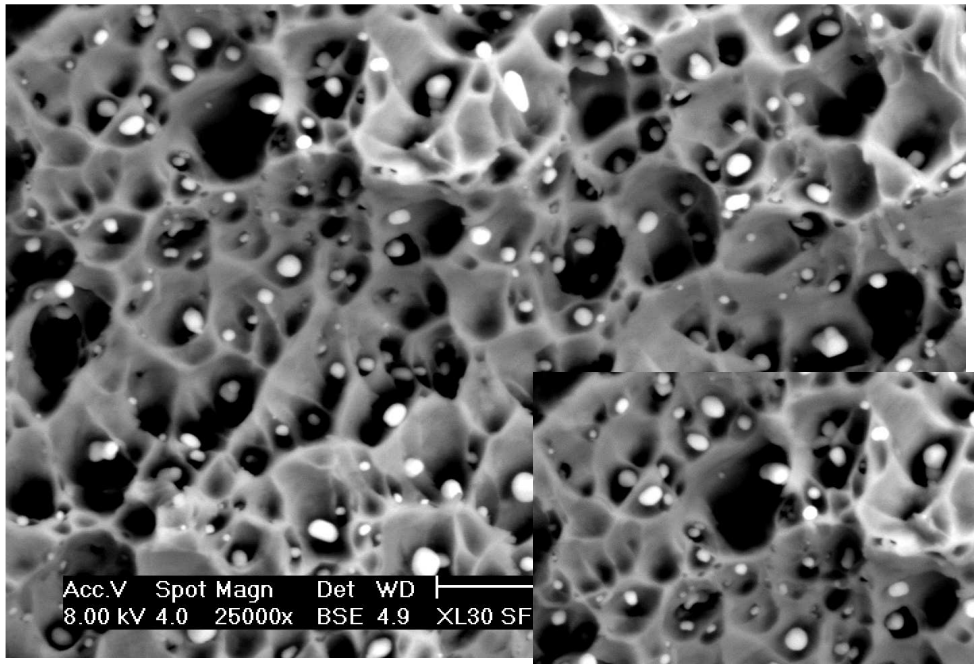
2) On conserve l'information « luminance » mais les informations « nuance » et « saturation » sont réduites en remplaçant les valeurs de 2 pixels voisins par leur moyenne

3) - On partage l'image en blocs contiguës de 8x8 pixels auxquels on applique un traitement mathématique analogue à une transformée de Fourier :
- On remplace la donnée « pixel+couleur » par une distribution en fréquence d'amplitude variable
- On arrondi les valeurs obtenues à l'entier le plus proche et on filtre en fréquence (on supprime les fréquence les plus élevées)(effet de lissage et de réduction des différences entre pixels voisins)
- on termine par un codage statique classique (Huffmann)

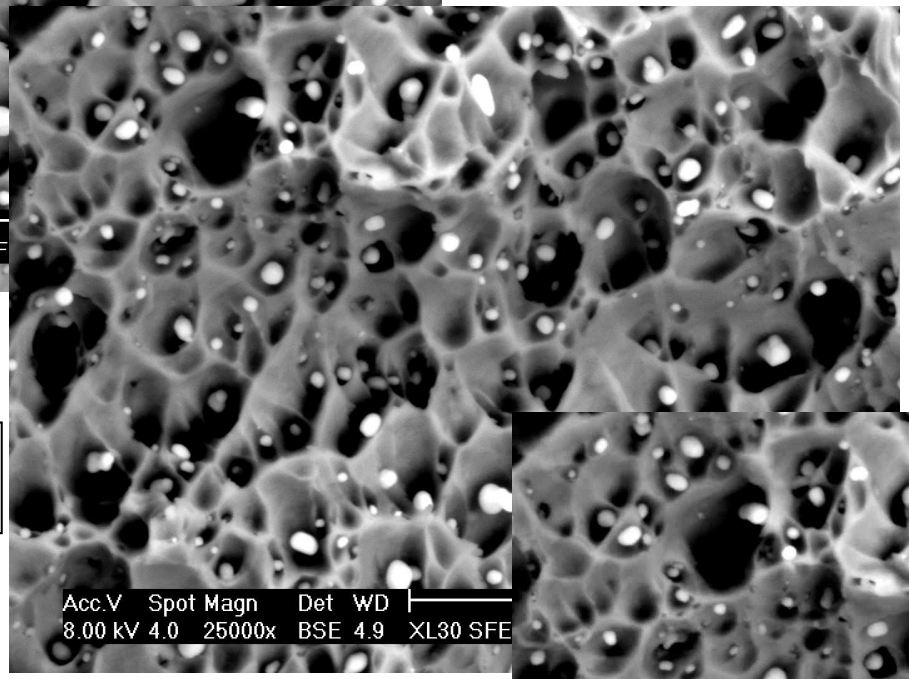
Selon l'importance du filtrage, on peut obtenir des taux de compression très différents mais qui entraînent tous des pertes d'informations



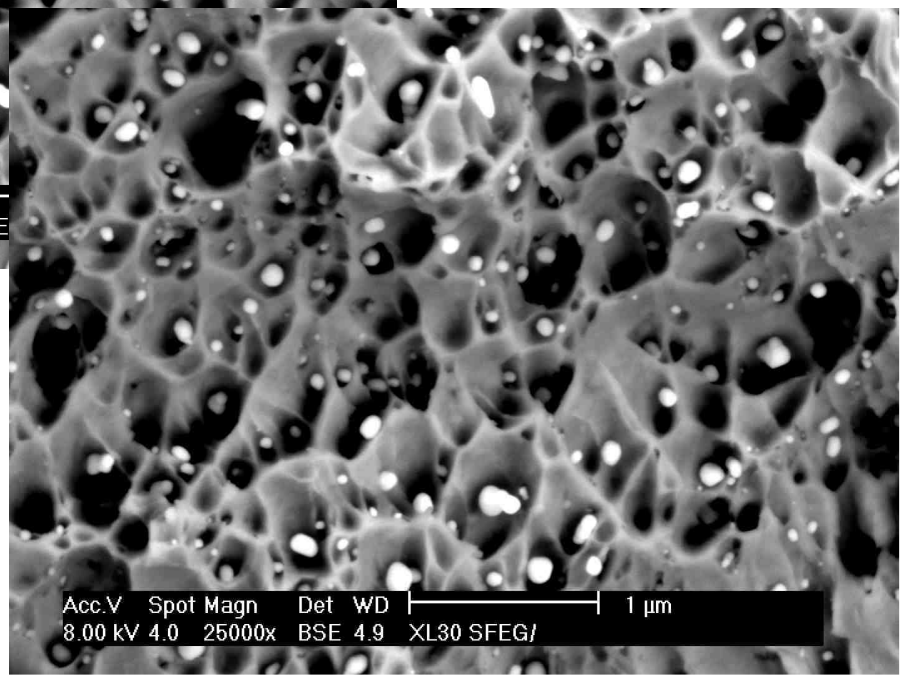
Une nouvelle méthode de compression (Jpeg2000) remplace la décomposition en série de Fourrier par des ondelettes…
plus forte compression avec moins de perte (mais pas encore reconnue par les logiciels)



Tif (1348 Ko)



Jpeg taux faible (10) (267 Ko)



Jpeg taux fort (75) (68 Ko)

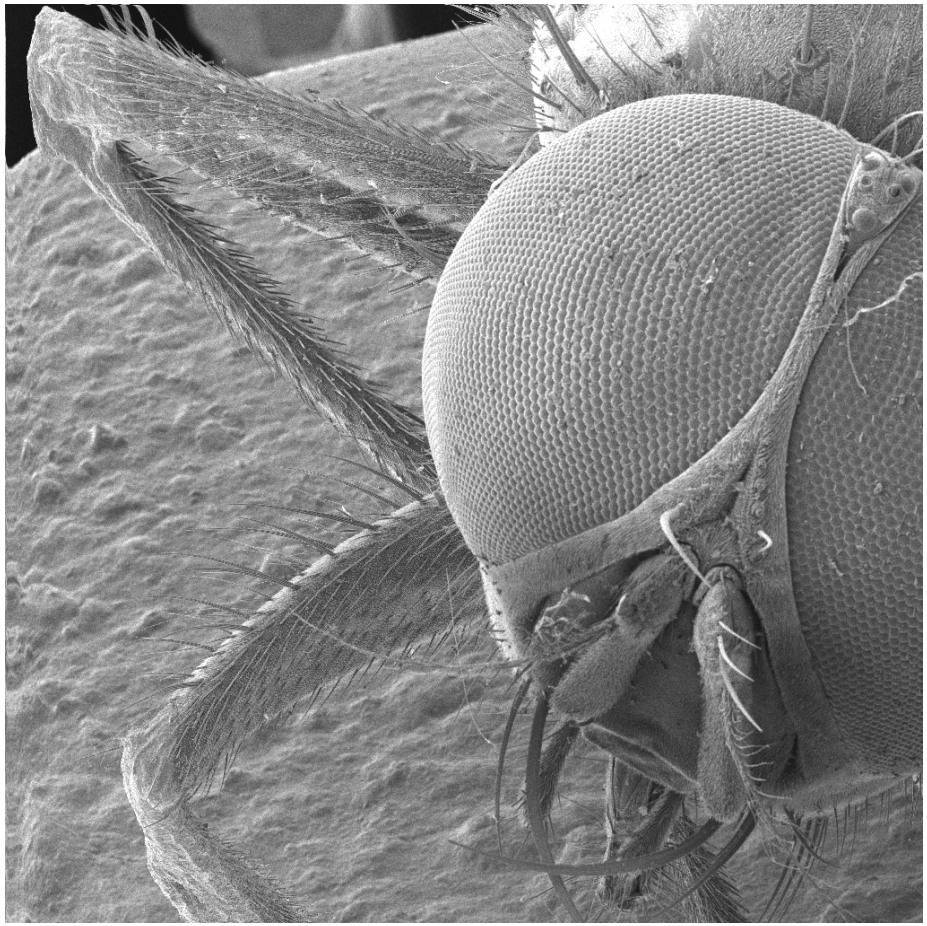
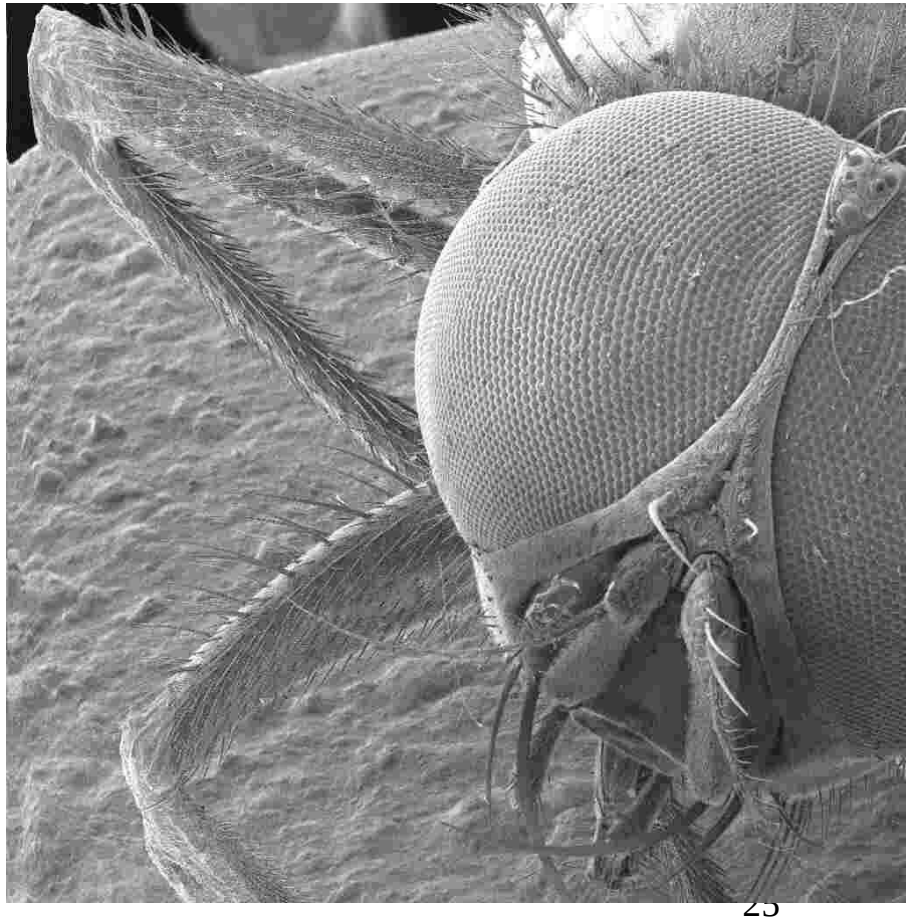
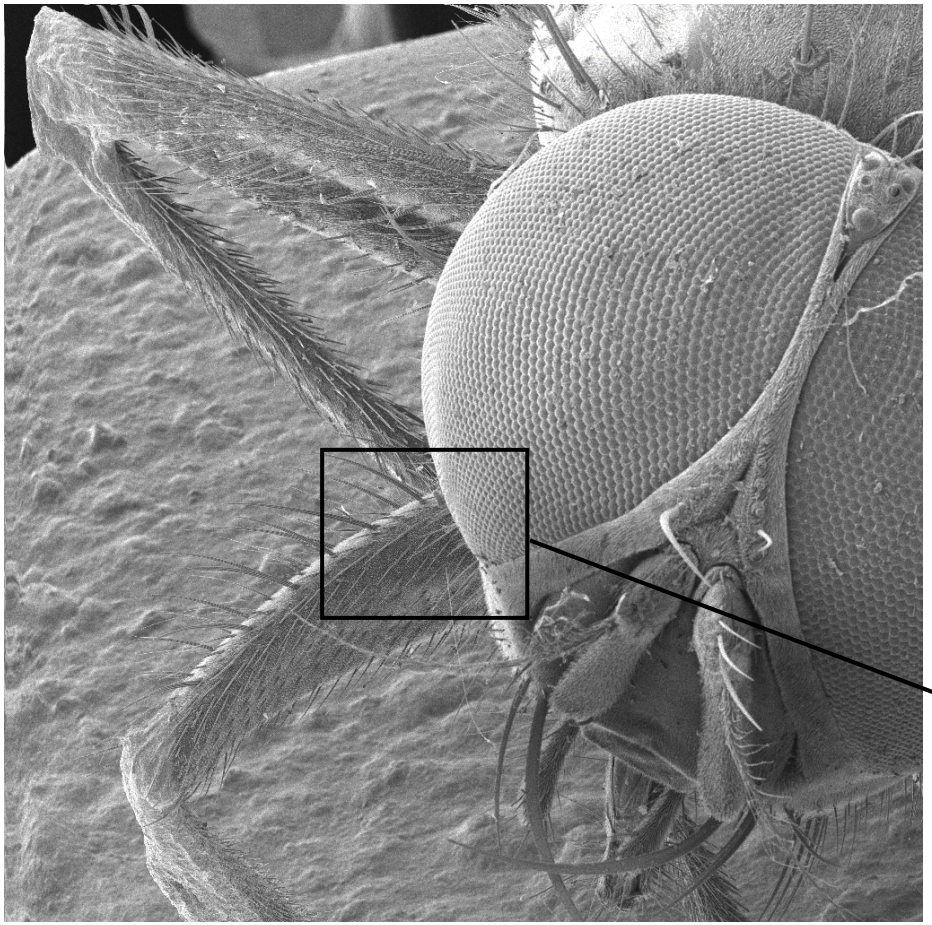


image : 1024x1024

Tiff : 1026 Ko

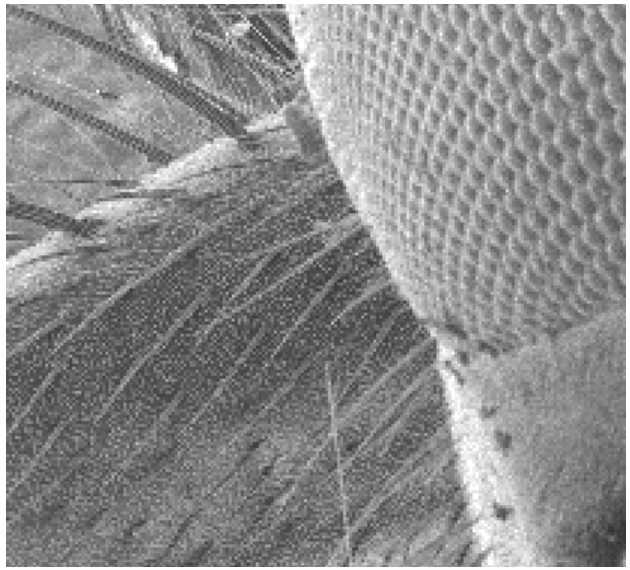


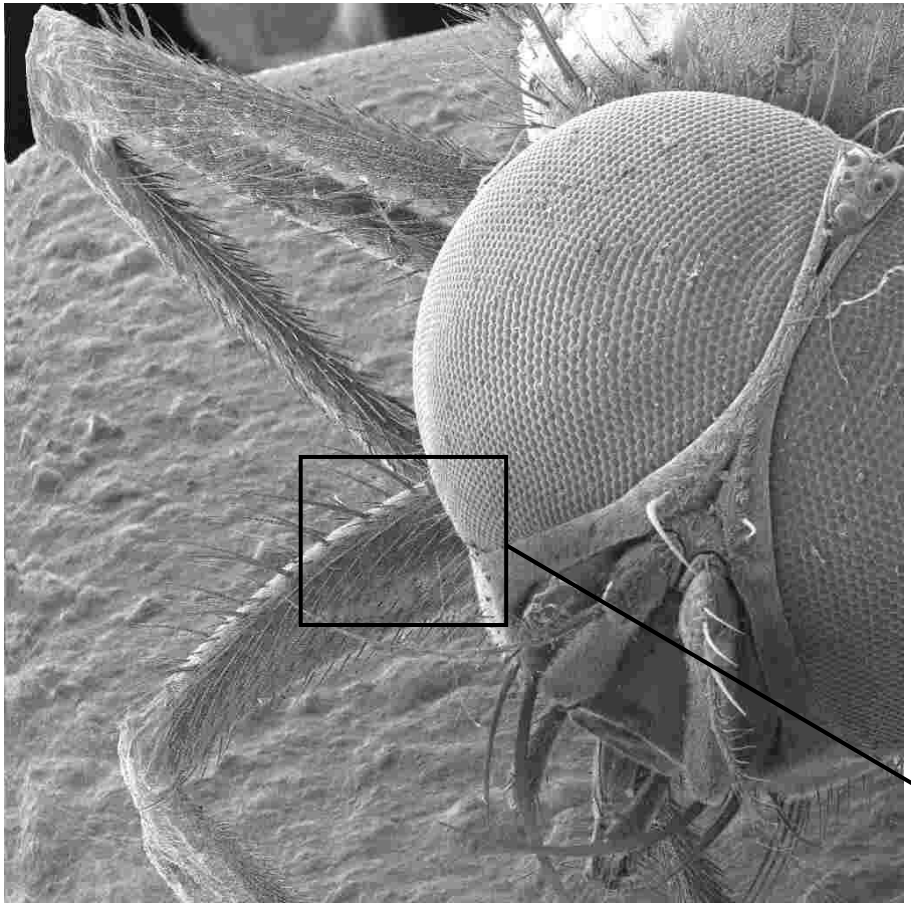
Jpeg : 65 Ko

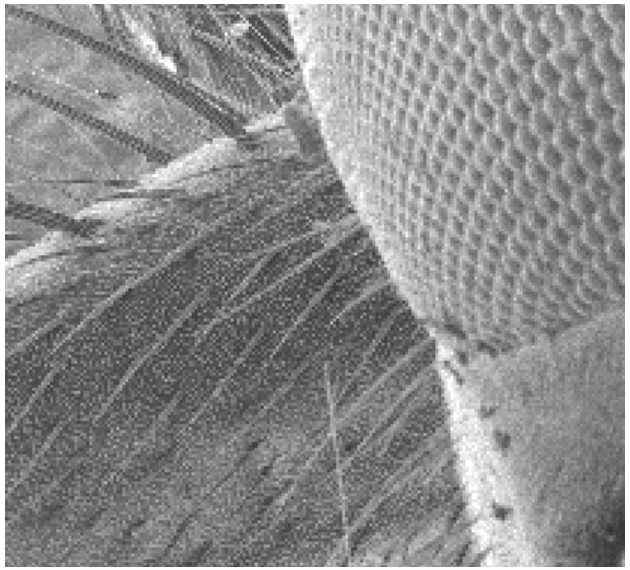


format Tiff

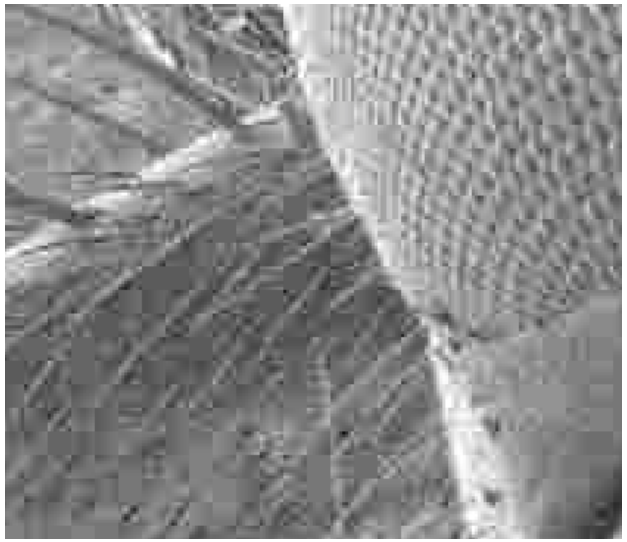
agrandissement de 2







(tiff)



Format Jpeg

agrandissement de 2

compression or not compression ?

stockage d'images MEB
traitement etc…

compression sans perte
(TIFF comprimé, GIF)

le taux de compression dépendra
de la complexité de la photo
il est de l'ordre de 2

les images occupent alors
une place importante
(quelques Mo)

rapport, web

compression jpeg

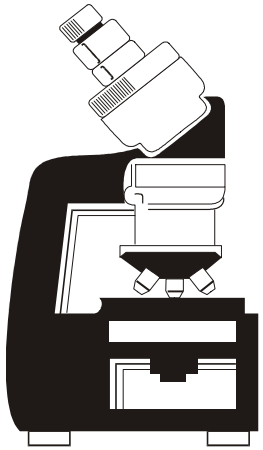
les images sont peu encombrantes
(quelques dizaines ou centaines de Ko)
et la perte d'information est peu visible

! tous les logiciels ne gèrent pas
correctement les jpeg

	TIFF (1026Ko)	Jpeg (65Ko)
Word95	1044Ko	3110Ko
Word97	954Ko	83Ko
Word2000	948Ko	85Ko

il en est de même pour les anciennes versions de PowerPoint (95), de CorelDraw (V5) de Designer etc…

microscopie optique



→ **échantillons plans, polis (attaque chimique éventuelle)**

résolution (pouvoir séparateur) :

$$y = \frac{0{,}61\,\lambda}{n \sin u}$$

longueur d'onde (0,4 – 0,8 µm)

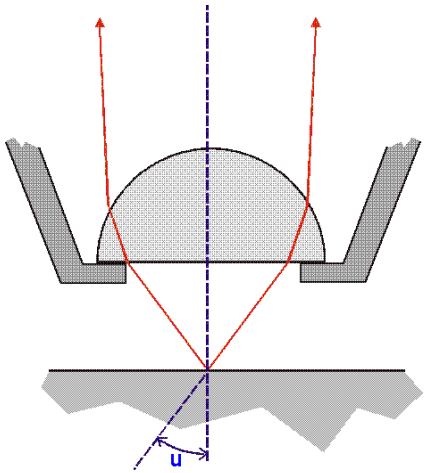
indice du milieu

air :1
eau : 1,33
huile de cèdre : 1,5
monobromophtalène : 1,65

→ **objectifs à immersion**

ouverture du faisceau

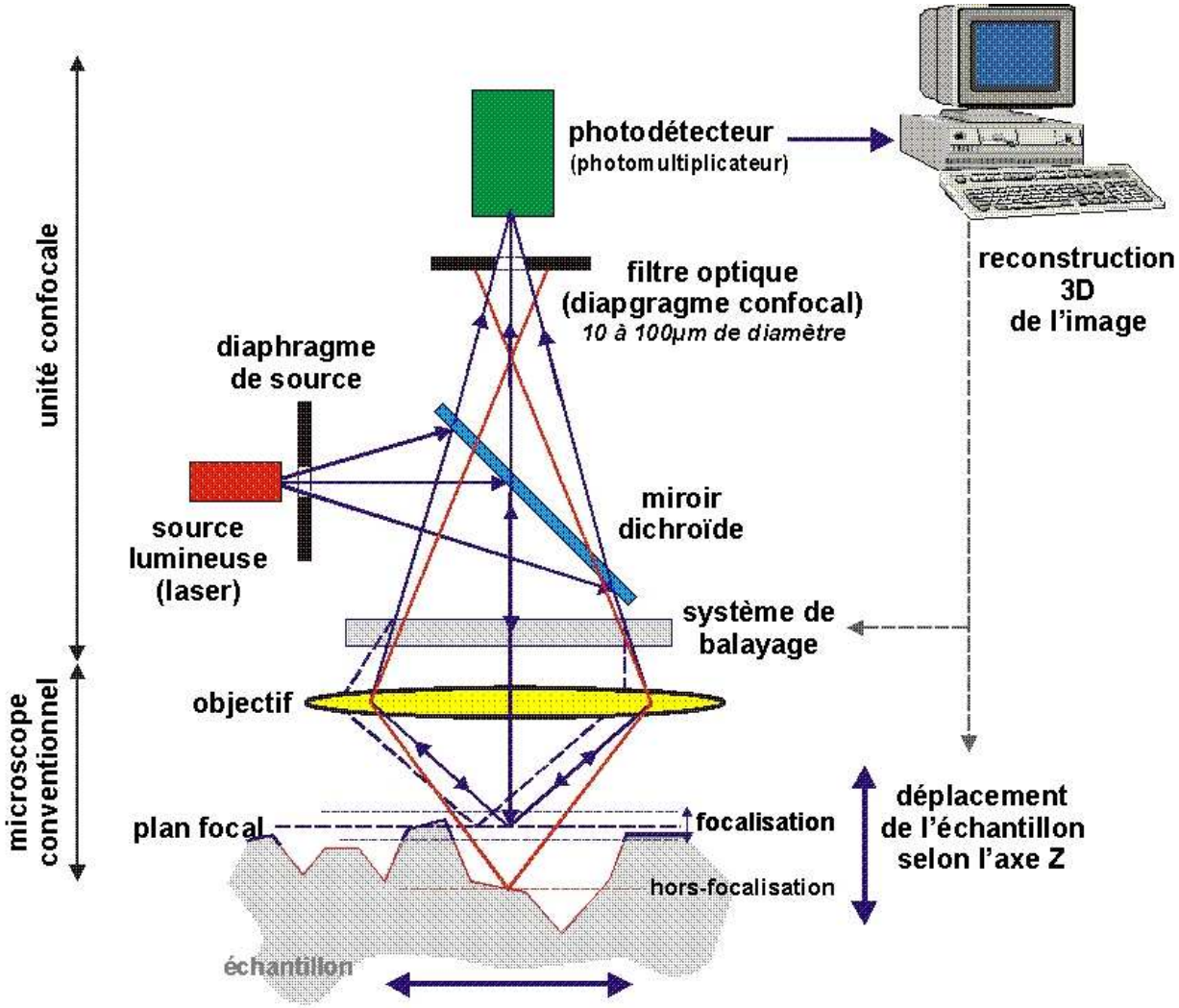
>70°(>95%)



de 0,2 µm à 0,3 µm → **grossissement maximum : 1000**

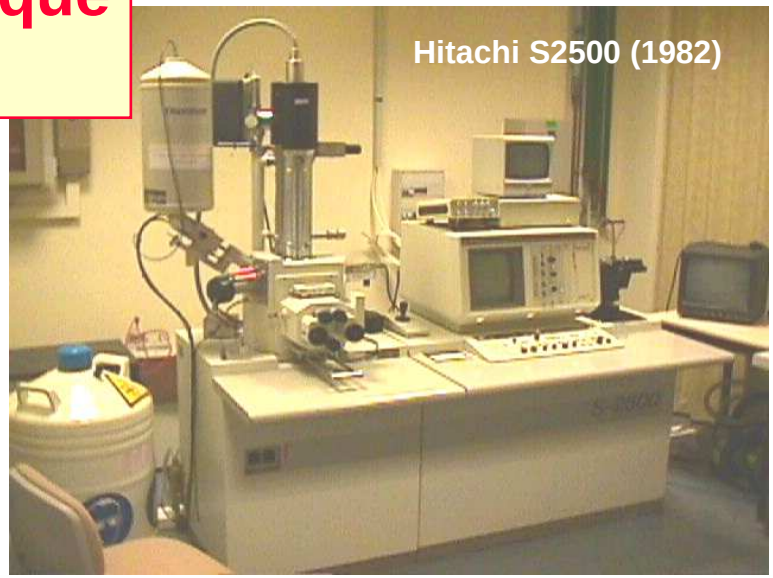
Microscopie optique confocale

permet d'observer des échantillons rugueux avec reconstruction 3D de l'image.



La Microscopie électronique à balayage

LEICA 440 (1990)



Hitachi S2500 (1982)

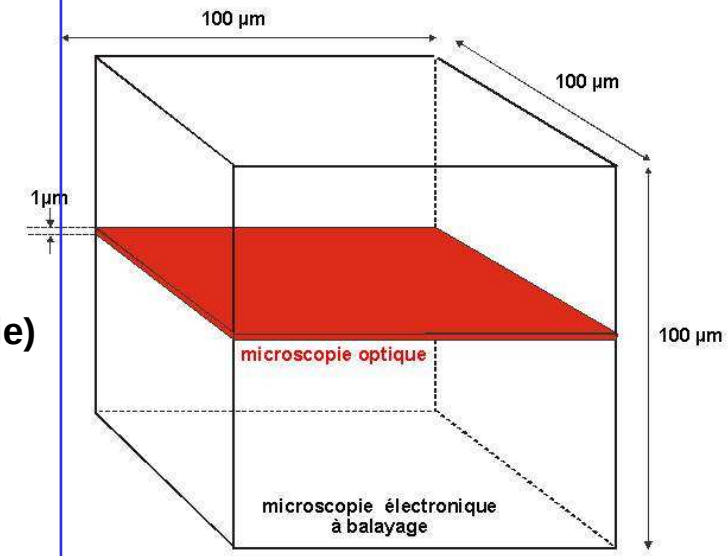
LEICA 260 (1986)

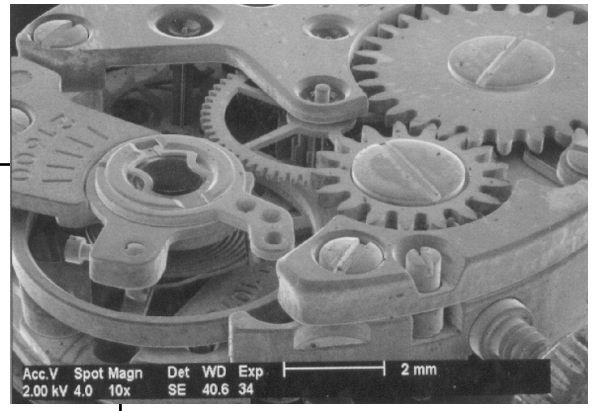
Cameca SX100 (microsonde)(1995)

Le Microscope électronique à balayage (MEB)

technique d'observation de topographie de surface d'échantillons massifs

- **grande résolution spatiale (→ 1 nm)**
- **possibilités de grandissements continus de 10 à 100 000 et plus**
- **très grande profondeur de champ →**
- **vaste domaine d'application (de la métallurgie à la biologie)**
- **grande richesse d'information et possibilités d'analyse élémentaire quantitative**
- **peu ou pas de préparation d'échantillon**
- **simplicité d'utilisation et coût assez faible**





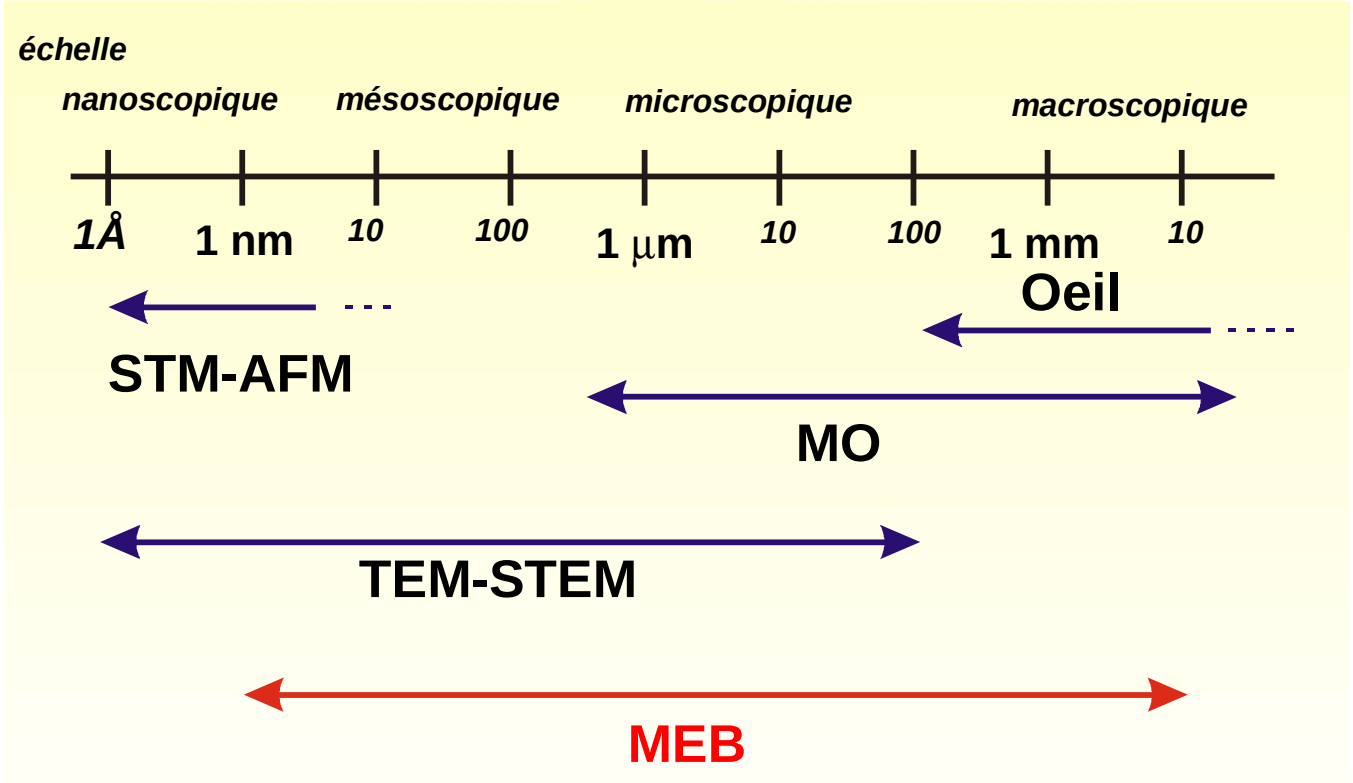
- **fausse image tridimensionnelle**

  → ***risques d'artéfacts et d'interprétation***

- **échantillon sous vide et bombardement électronique**

  → ***problèmes pour des échantillons fragiles ou isolants***

La place du MEB parmi les autres techniques d'observation

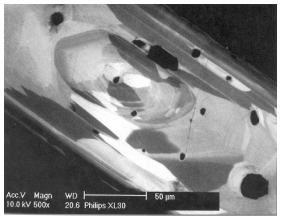


MEB : Les différentes émissions caractéristiques

cathodoluminescence

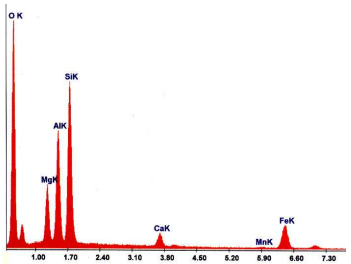
(oxyde, semi-conducteur)

Création de paires trou-électron suivie d'une recombinaison radiative

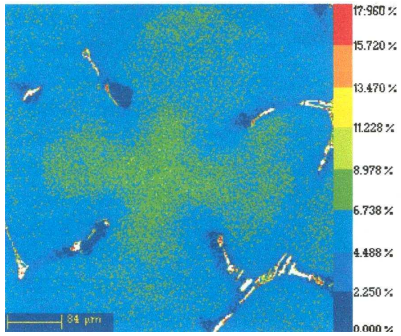


spectre de rayons X

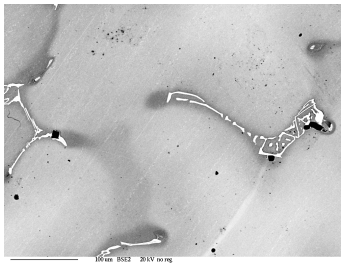
Ionisation des niveaux de coeur de l'atome



composition élémentaire et quantitative



émissions électromagnétiques



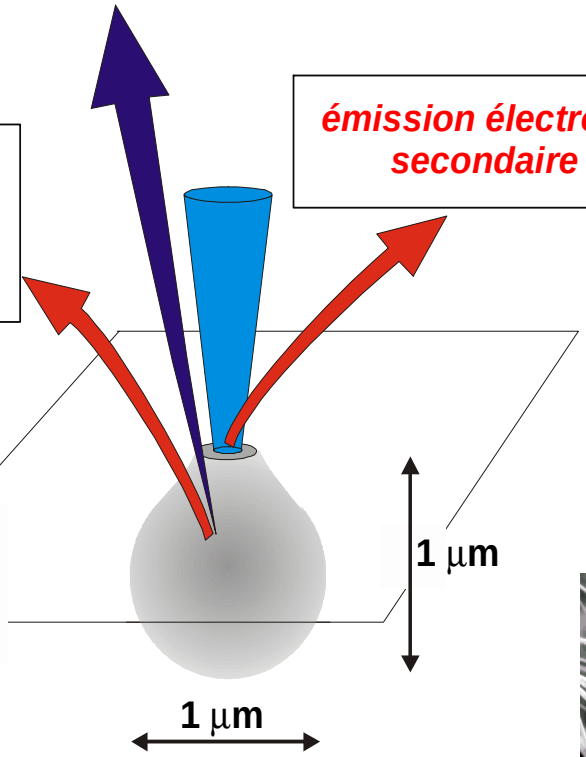
émission électronique rétrodiffusée

émission électronique secondaire

électrons primaires rétrodiffusés très haute énergie ($0,5E_0<E<E_0$)

Interactions élastiques avec le noyau entraînant une forte diffusion de l'électron primaire d'où un changement de la trajectoire pouvant conduire à la rétrodiffusion (l'électron resort de la cible sans avoir perdu la totalité de son énergie)

- contraste topographique
- contraste de nombre atomique

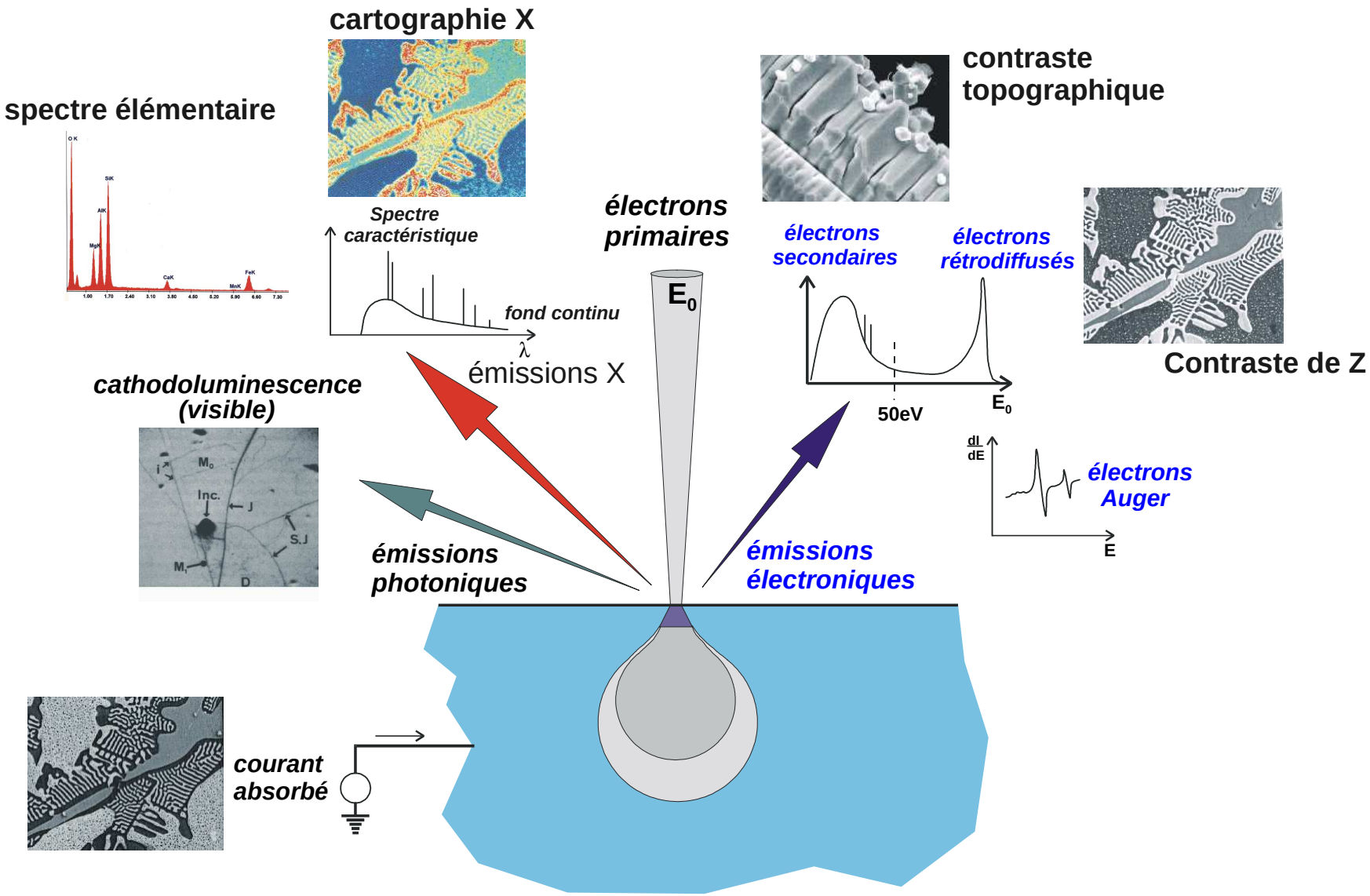


électrons de très faible énergie (<50eV en moyenne 5 à 10eV)

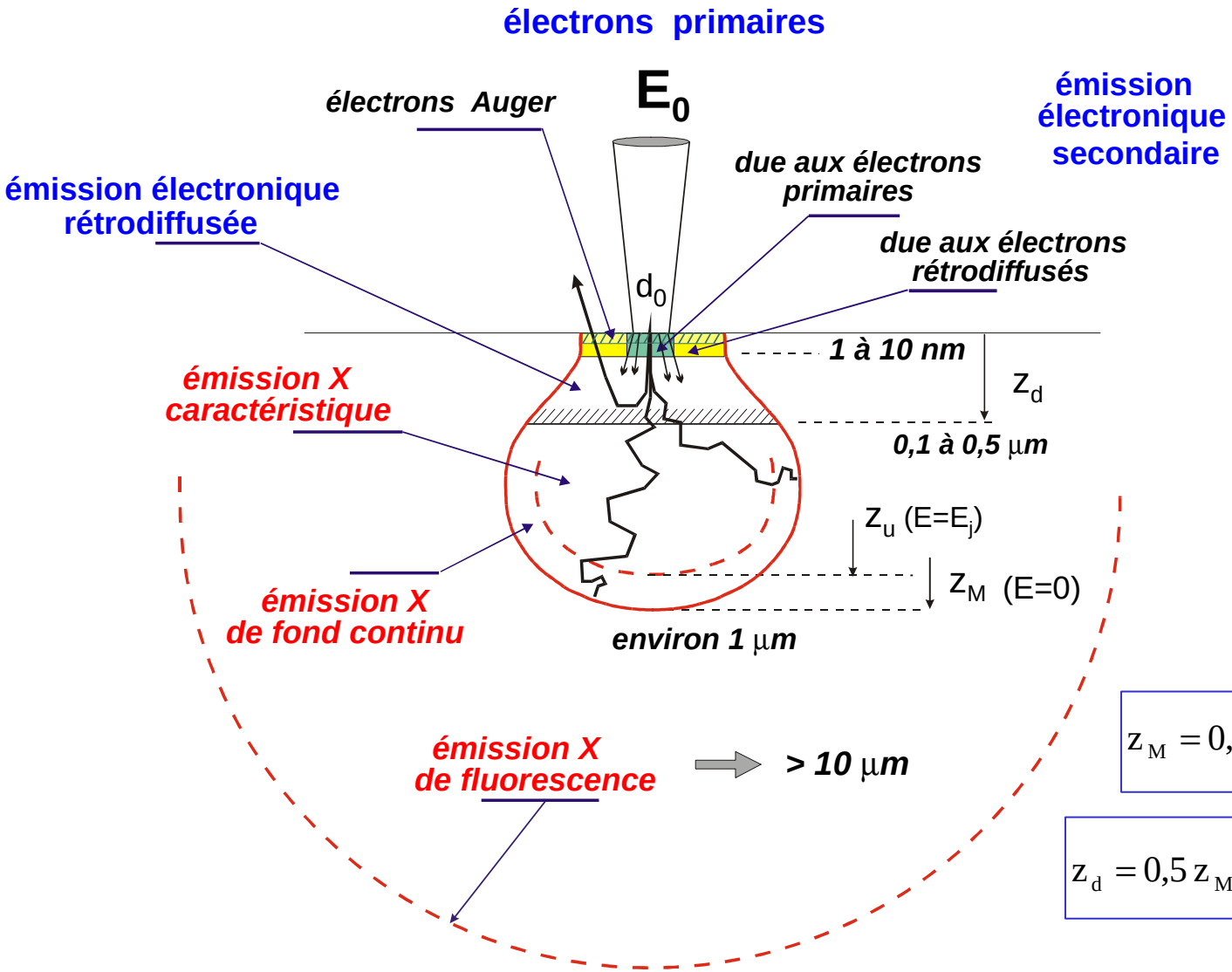
Interactions inélastiques avec les électrons atomiques (de préférence ceux des niveaux externes et de valence)

contraste topographique

Interactions électrons – matière (cible massive)



Résolutions spatiales selon le rayonnement observé

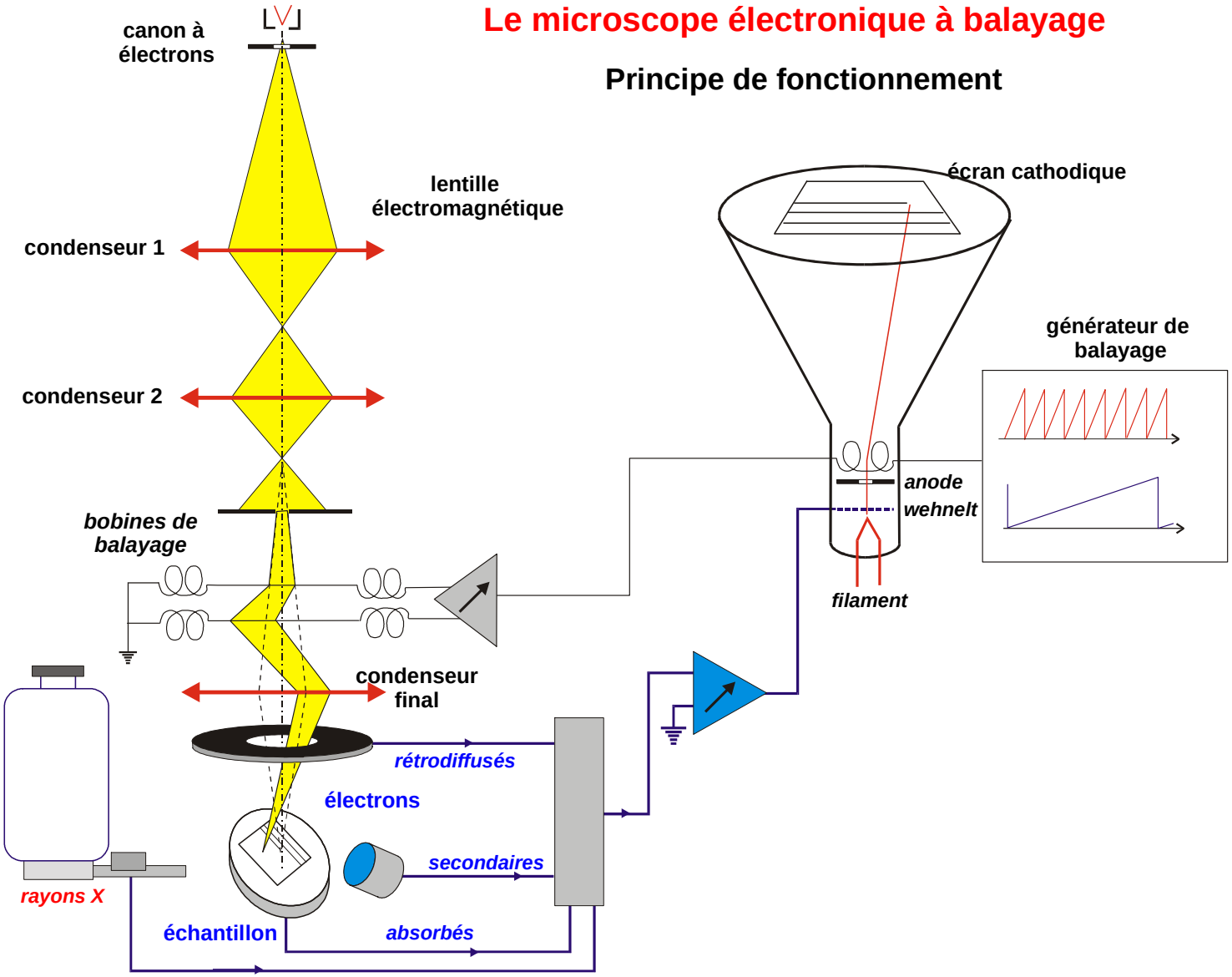


$$z_M = 0{,}033 \frac{A}{\rho Z} (E_0^{1,7} - E_j^{1,7})$$

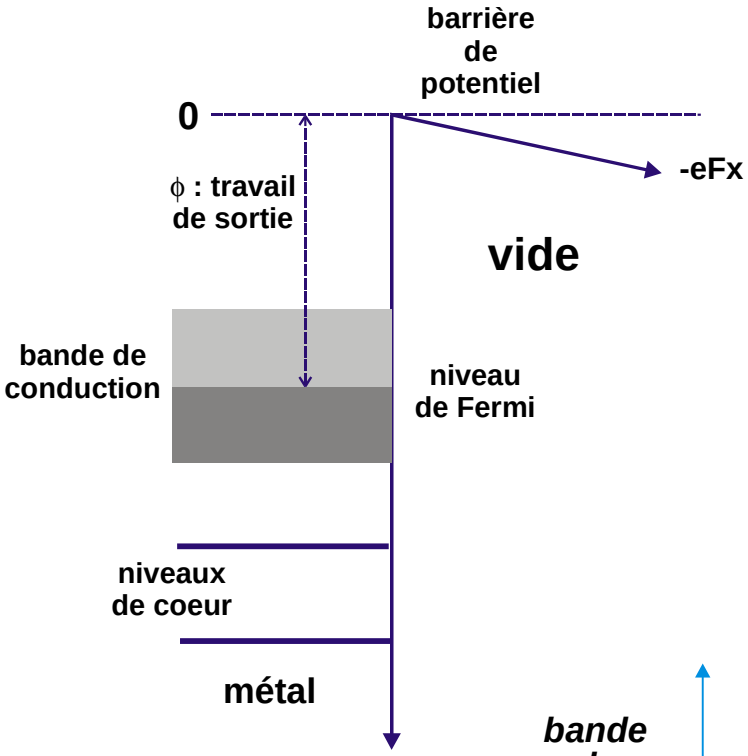
$$z_d = 0{,}5\, z_M \exp\left(-\frac{Z^{1,25}}{140}\right)$$

Le microscope électronique à balayage

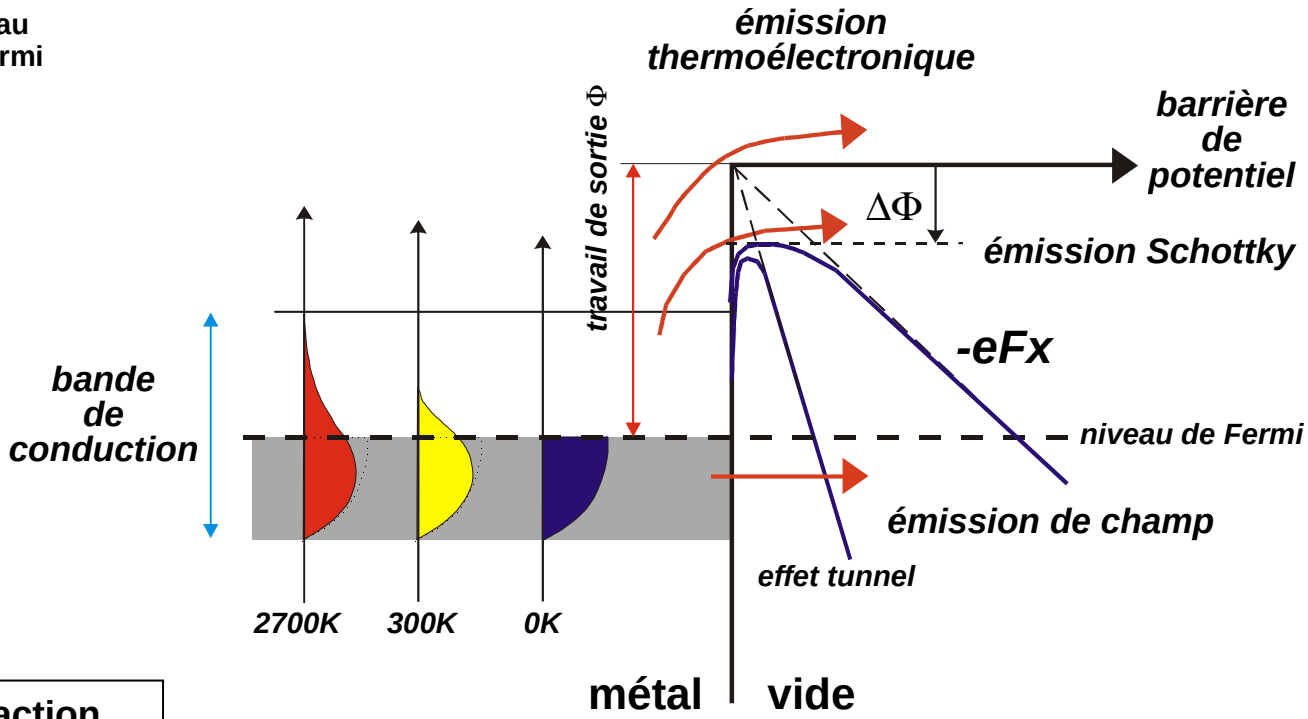
Principe de fonctionnement



Emissions électroniques (« canons »)

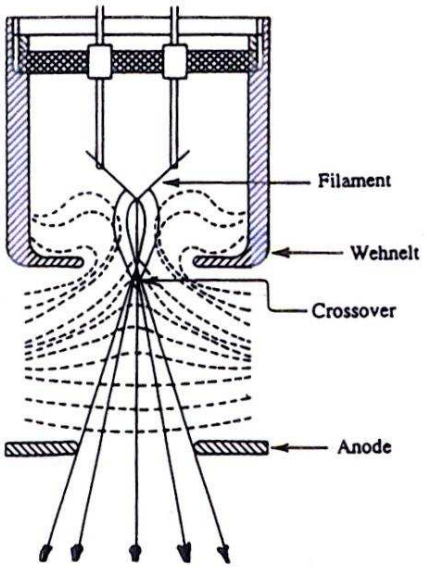


Structure électronique et interface métal-vide

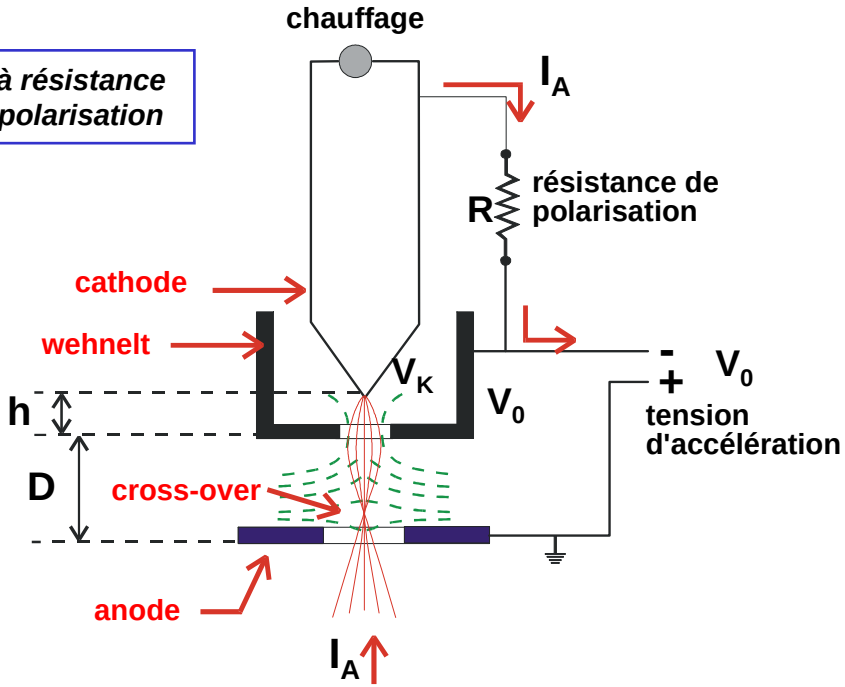


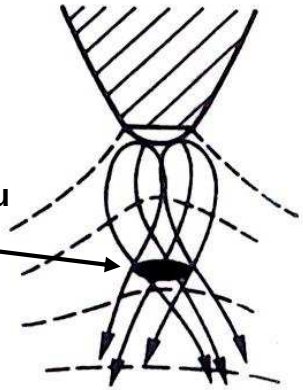
Différents modes d'extraction d'un électron du métal vers le vide

le canon de type triode (émission thermo-ionique)



canon à résistance d 'autopolarisation





zone émissive au niveau de la pointe ; apparition du cross-over

tension du wehnelt : V_0

chute de tension dans la résistance : $V_W = RI_A$

tension appliquée à la cathode : $V_K = V_0 - V_W = V_0 - RI_A$

la différence de potentiel entre le wehnelt et la cathode est fonction du courant électronique (ou d 'anode)

Caractéristiques des canons à émission thermo-ionique

1) cathode en tungstène (filament en « épingle à cheveux ») (Φ=4,5 eV)

- **température de fonctionnement : 2600 à 2700 K**
- **faible densité d 'émission : 1A/cm^2**
- **faible brillance : 10^5 A/cm^2/sr**
- **cross-over de grand diamètre : 50 à 150 µm**
- **médiocre dispersion énergétique (thermique) >10 eV**
- **durée de vie brève : 20 à 200 h**

mais :
- **très bonne stabilité d 'émission (microanalyse)**
- **ne nécessite pas de vide poussé (vide secondaire)**
- **peu chère (environ 100 €)**

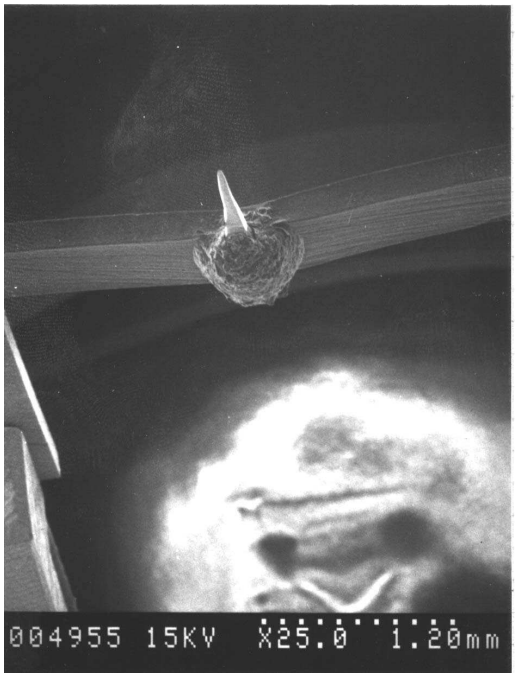
2) cathode en pointe LaB6 (Φ=2,7 eV)

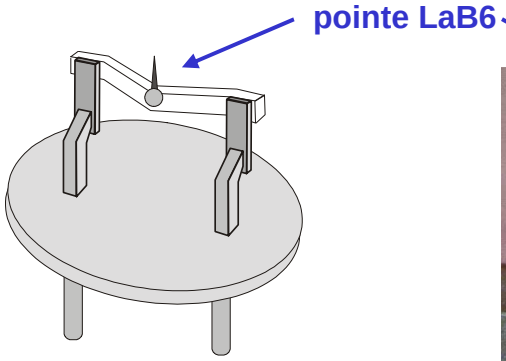
pour améliorer la brillance du canon...

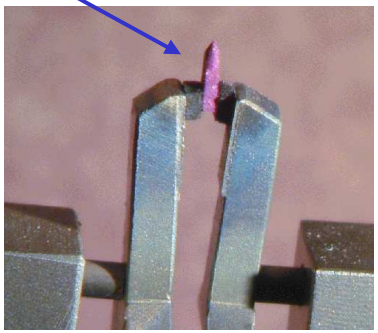
- **température de fonctionnement : 1900 K**
- **bonne densité d'émission : 40 A/cm^2**
- **bonne brillance : 10^6 A/cm^2/sr**
- **cross-over de faible diamètre : 10 µm**
- **médiocre dispersion énergétique (thermique) >10 eV**
- **longue durée de vie : >1000 h**

mais :
- **moins bonne stabilité d 'émission (microanalyse exclue)**
- **nécessite un vide poussé (vide ionique)**
- **chère (environ 1000 € à 2000 €)**

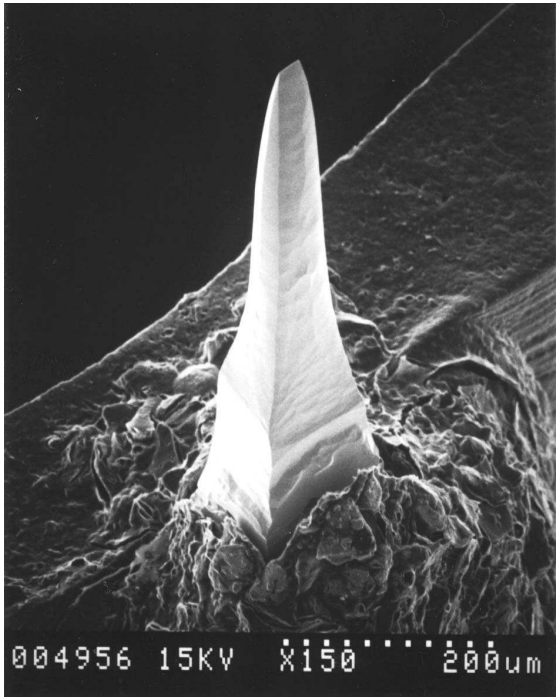
Exemple de filament en pointe LaB6

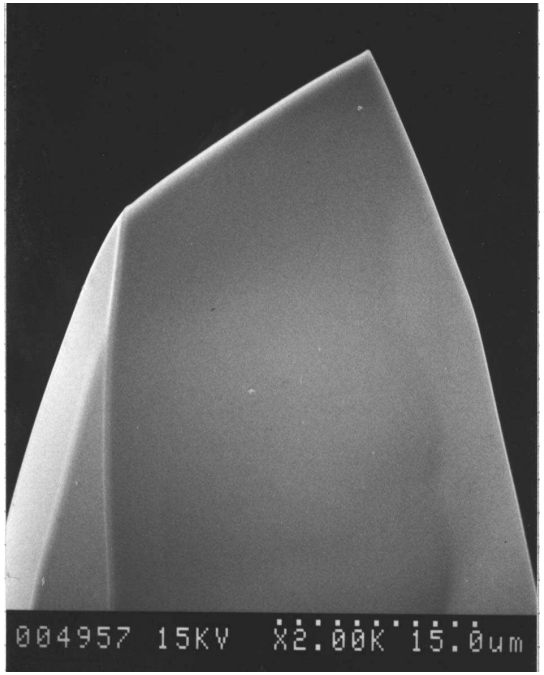






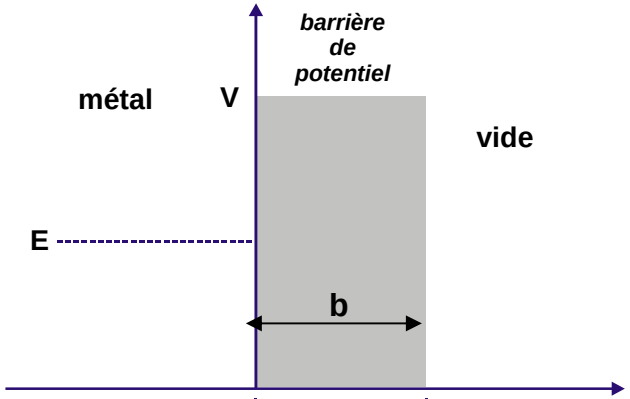
autre géométrie





Pour améliorer la brillance : utiliser l'effet de champ (ou effet tunnel) !

les canons à émission de champ (FEG « field emission gun »)



Principe de l'Effet tunnel

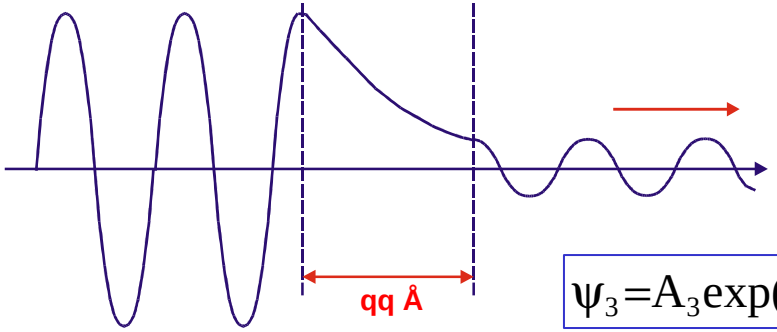
Effet quantique

Courant tunnel $I \propto \exp(-2k_2 b)$

Fonction d'onde :

$\psi^*\psi$

densité de probabilité



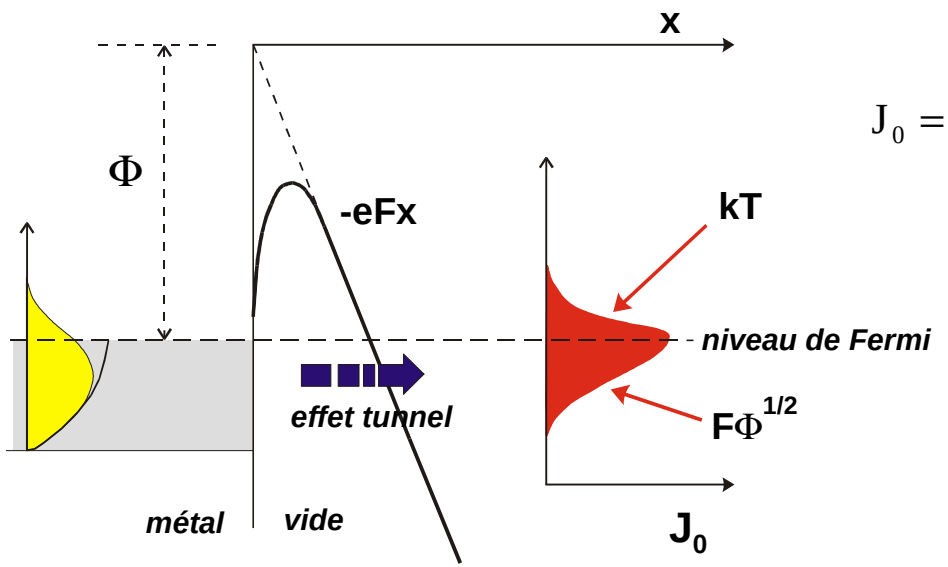
$$\psi_3 = A_3 \exp(ik_3 x) + B_3 \exp(-ik_3 x)$$

$$\psi_1 = A_1 \exp(ik_1 x) + B_1 \exp(-ik_1 x)$$

$$\psi_2 = A_2 \exp(-k_2 x)$$

A l 'intérieur du métal, la probabilité de présence de l 'électron est une fonction périodique ; hors de métal, la probabilité diminue très rapidement mais peut avoir une valeur non nulle au delà de la barrière de potentiel si celle-ci est suffisamment étroite.

Canon à émission de champ à cathode froide

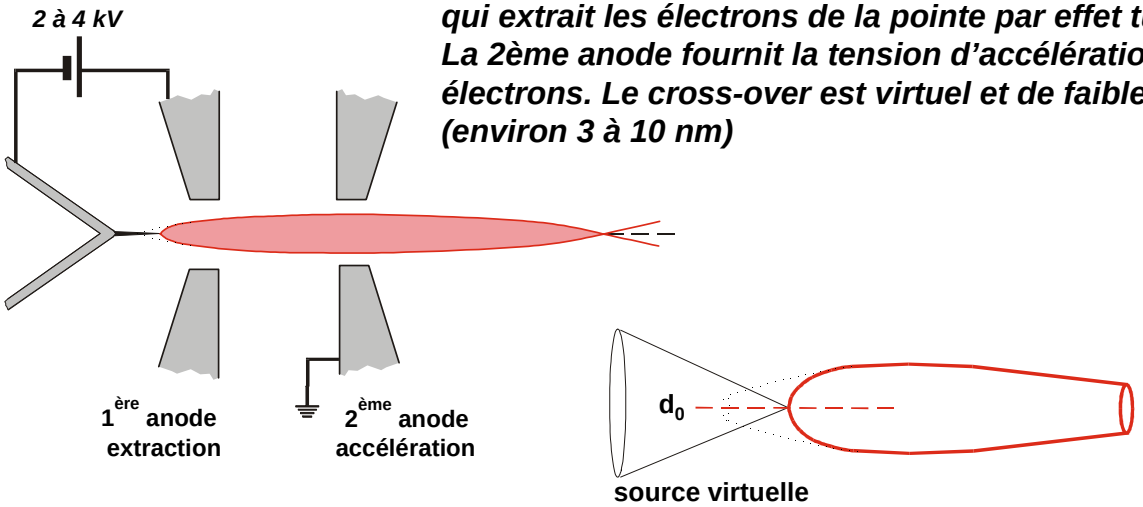


$$J_0 = AE^2 \exp\left[-\frac{B\Phi^{3/2}}{E}\right]$$

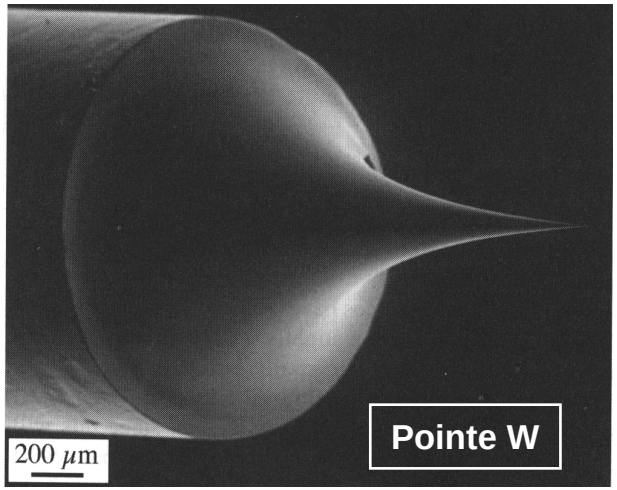
Extraction des électrons par effet tunnel

L'électrode d'extraction fournit le champ électrique qui extrait les électrons de la pointe par effet tunnel La 2ème anode fournit la tension d'accélération des électrons. Le cross-over est virtuel et de faible diamètre (environ 3 à 10 nm)

Principe du canon à émission de champ



Caractéristiques des cathodes froides

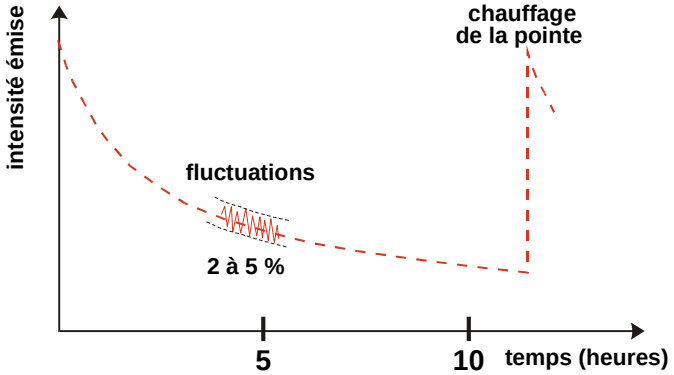


Pointe en W de très petit rayon de courbure (10 à 100 nm)

- **température de fonctionnement :**
  - **300 K (« cold field emission » ou CFE)**
  - **1500 K (« thermal field emssion » ou TFE)**
- **très forte densité d 'émission : 10^4 à 10^6 A/cm^2**
- **très forte brillance : >10^9 A/cm^2/sr**
- **très petit cross-over : 2,5 à 3,5 nm (virtuel)**
- **très faible dispersion énergétique 0,2 à 0,3 eV**
- **durée de vie très longue : 1 à 2 ans**

mais :
- **mauvaise stabilité d 'émission (4 à 6%)**
- **courant de sonde limité (quelques nA)**
- **nécessite un vide très poussé (vide ionique)**
- **très chère (coût d'un SEM FEG 300.000 €)**

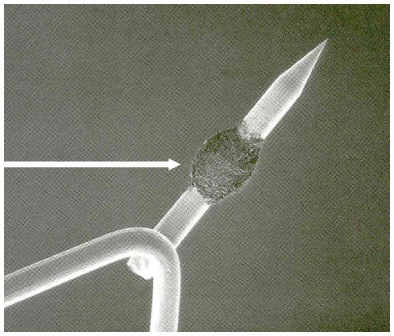
La pollution de la pointe entraîne une variation rapide de la densité d 'émission qui nécessite un flash thermique (toutes les 15h environ) pour la dégazer…
Pour éviter cela, on peut chauffer la pointe (mode «thermiquement assisté » ou TFE) ce qui améliore la stabilité d 'émission mais augment la dispersion énergétique...

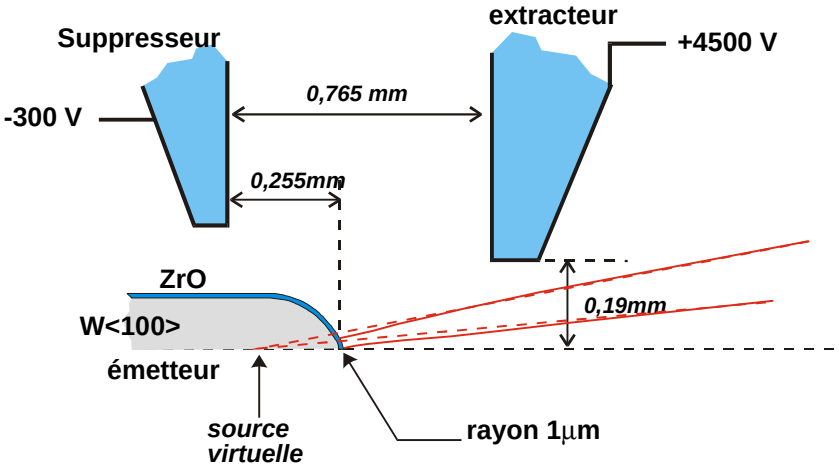


Canon à émission de champ à cathode chaude ou « Schottky »

On utilise une pointe en W recouverte d 'un film mince de ZrO liquide qui mouille la pointe.
Le fort champ électrique abaisse suffisamment la barrière de potentiel pour pouvoir extraire facilement des électrons.

réservoir de ZrO2

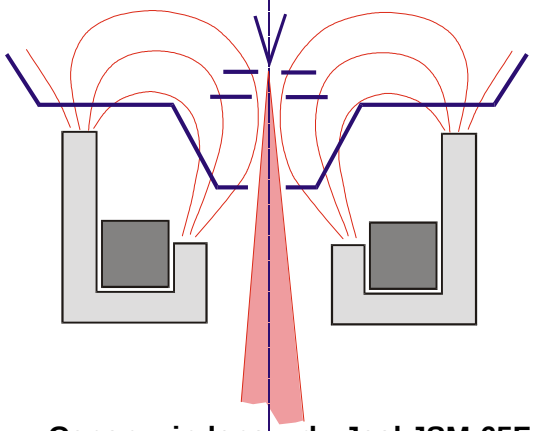




Canon Schottky du Philips XL30 FEG

- **température de fonctionnement : 1800 K**
- **très forte densité d 'émission : 10^4 à 10^5 A/cm^2**
- **très forte brillance : 10^7 à 5 10^8 A/cm^2/sr**
- **très petit cross-over : 15 à 30 nm (virtuel)**
- **faible dispersion énergétique 0,3 à 1 eV**
- **très forte densité angulaire (300 à 1000 µA/sr)**
- **possibilité de courant sonde élevés (200 nA)**
- **très faibles fluctuations (0,1 à 1%)**
- **bonne stabilité d 'émission**
- **durée de vie très longue : 1 an**

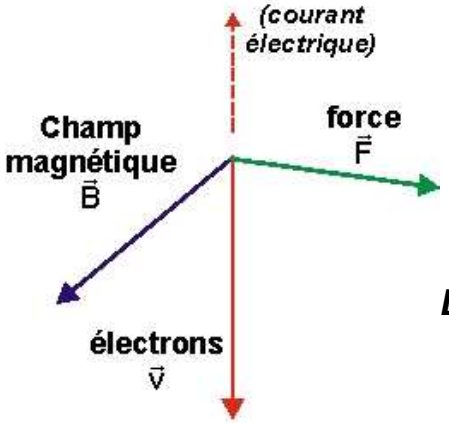
mais :
- **nécessite un vide très poussé (vide ionique)**
- **très cher (coût d'un SEM FEG 350.000 €)**



Canon « in-lens » du Jeol JSM-65F permettant l 'obtention de très forts courants (200 nA)

Optique électronique

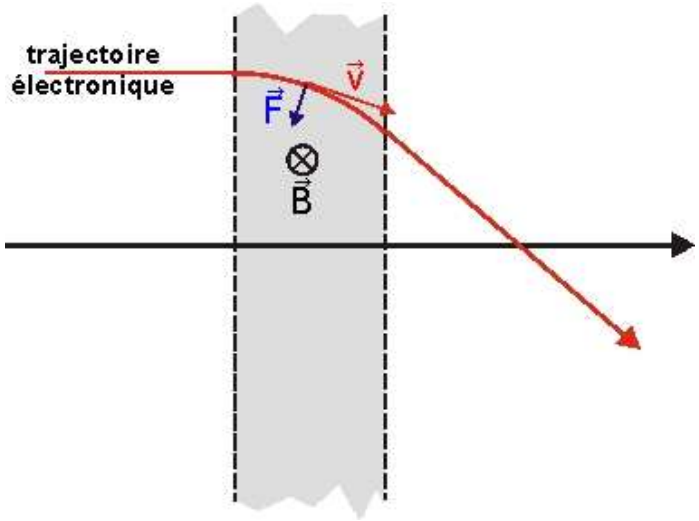
1) action d'un champ magnétique



Loi de Laplace :
la force exercée sur une particule de charge q et de vitesse $\vec{v}$ est donnée par le produit vectoriel de la vitesse et du champ magnétique

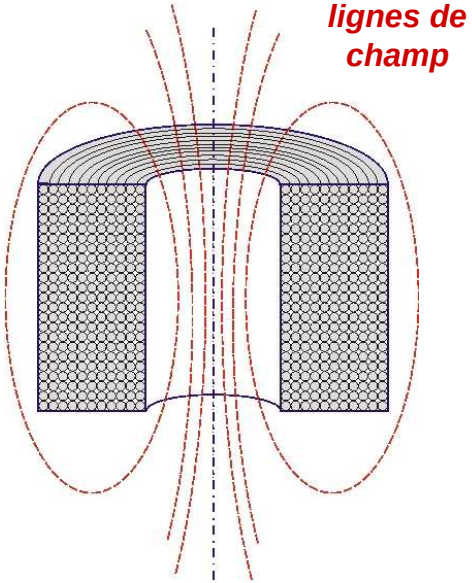
$$\vec{F} = q.\vec{v} \wedge \vec{B}$$

***Dans le cas d'une trajectoire électronique* : q = -e**

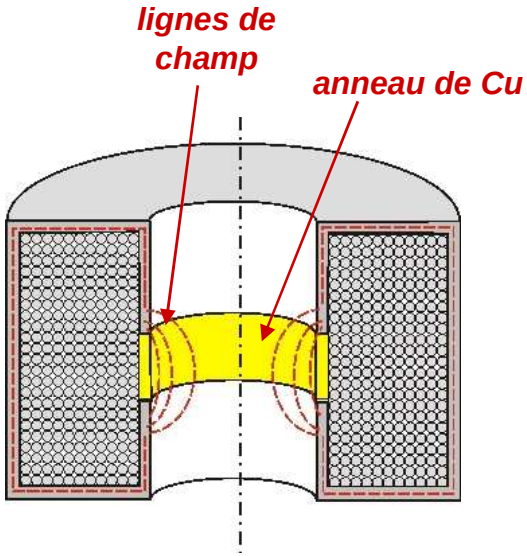


Dans un champ magnétique constant et uniforme, l'électron prend une trajectoire circulaire

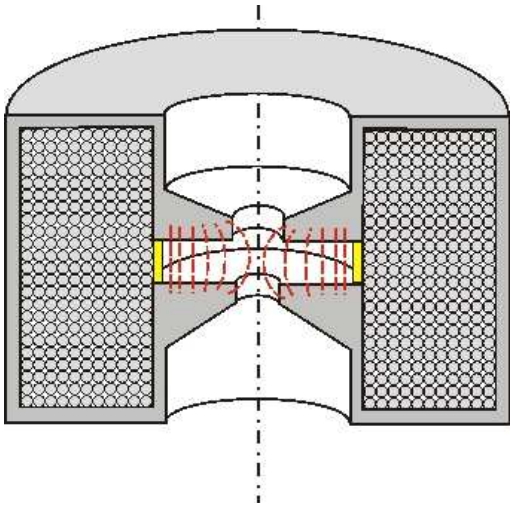
Principe d'une lentille électromagnétique



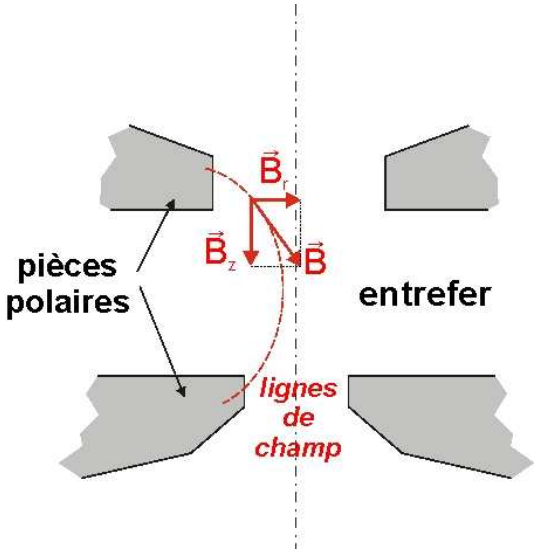
1 – Champ magnétique créé par une bobine torique parcourue par un courant I



2 – si la bobine est fermée par un blindage ferromagnétique, le champ est entièrement canalisé.
Si le blindage comporte une partie diamagnétique (anneau de Cu) le champ magnétique peut alors apparaître localement dans l'axe de la bobine (« l'entrefer »).

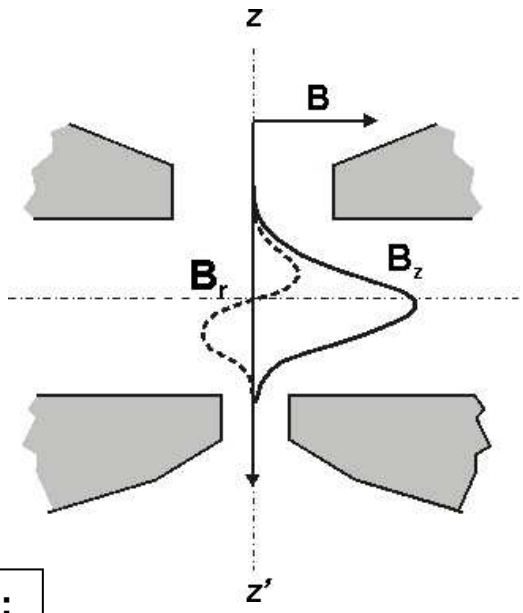


3 – En modifiant la forme du blindage au niveau de l'entrefer (« pièces polaires »), on favorise la concentration du champ magnétique :
on a réalisé une « lentille magnétique »



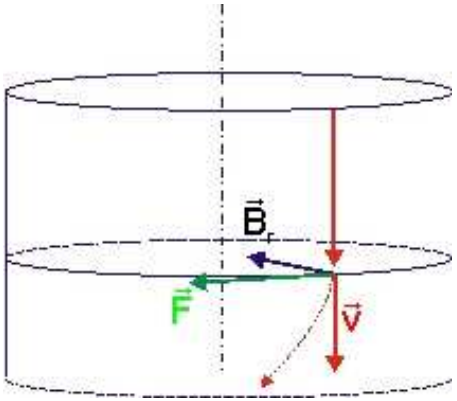
4 – Le champ magnétique $\vec{B}$ peut se décomposer en une composante radiale $\vec{B}_r$ et une composante axiale $\vec{B}_z$

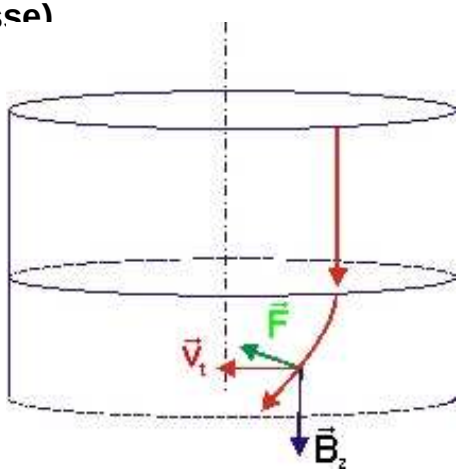
variations des composantes axiale et radiale du champ magnétique dans l'entrefer de la lentille



action de ces 2 composantes sur le faisceau électronique :

- **le champ radial introduit une force tangentielle, provoquant la rotation du faisceau électronique (avec apparition d'une composante tangentielle de la vitesse)**

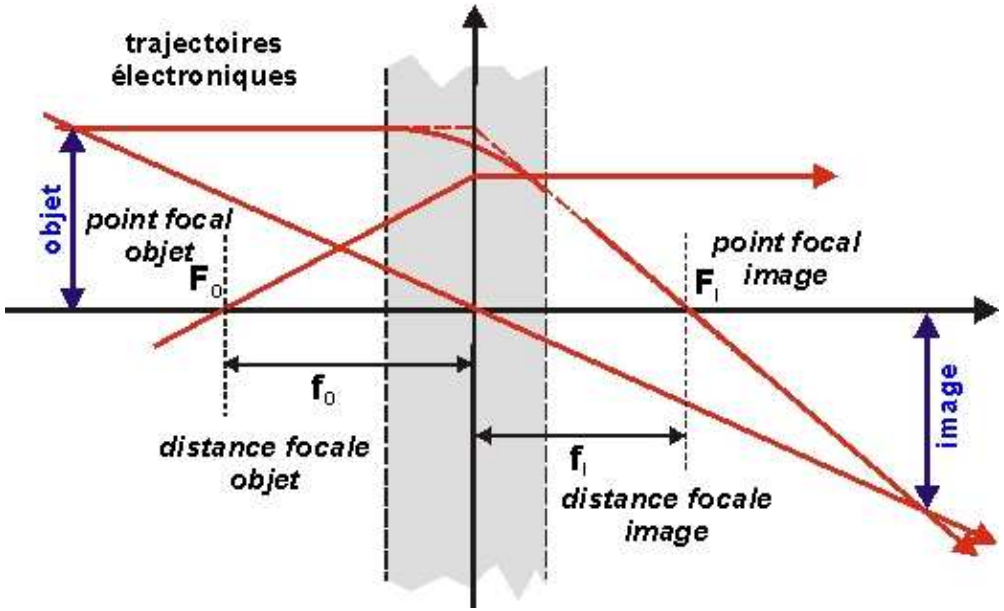




- **le champ axial introduit sur la composante tangentielle de la vitesse, une force radiale, dirigée vers l'axe de la lentille**
  - **➔convergence du faisceau électronique**

L'action combinée de ces deux forces provoque à la fois une rotation du faisceau électronique autour de l'axe de la lentille et un convergence vers cet axe, comparable à l'action d'une lentille optique convergente :

On peut définir des points focaux objet et image, une distance focale f (et un angle de rotation θ) :



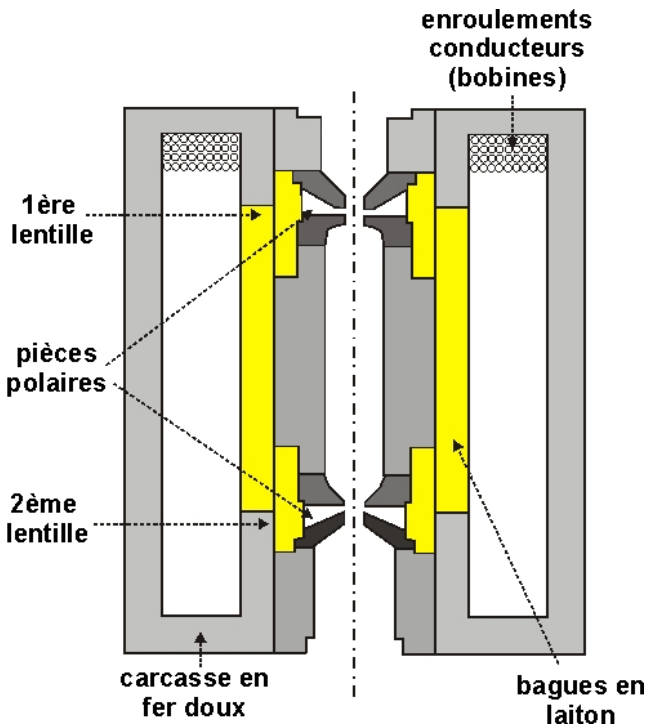
$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8mU}\int B_z^2 dz$$

$$\theta = \sqrt{\frac{e}{8mU}}\int B_z dz$$

où U est le potentiel d'accélération des électrons et B_z la composante axiale du champ magnétique

Les principes de l'optique pour la construction d'une image s'appliquent également.

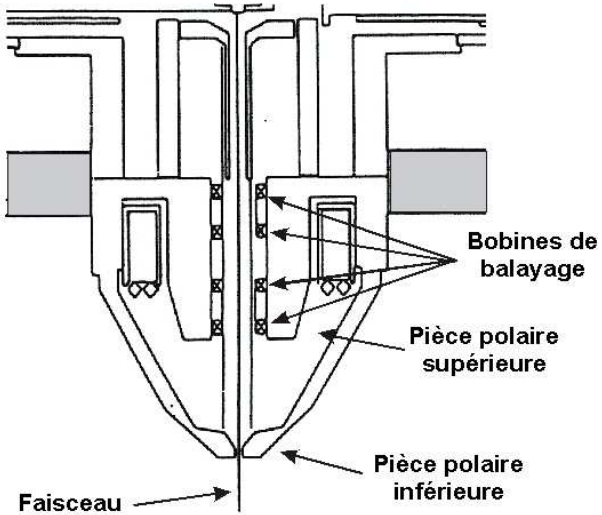
Quelques exemples de lentilles électromagnétiques

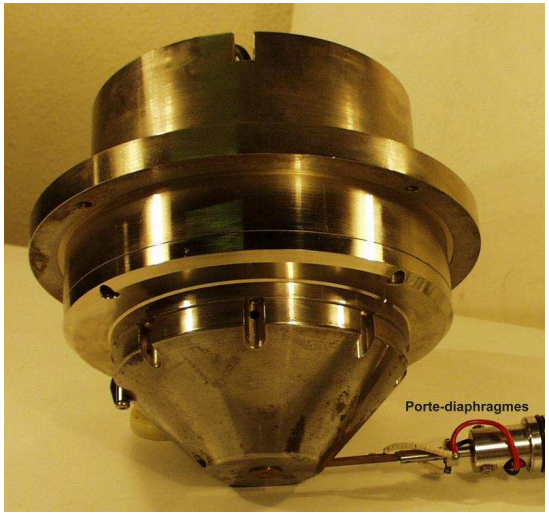


partie interne démontable de la lentille

lentille « double condenseur » :
- une seule bobine
- deux pièces polaires

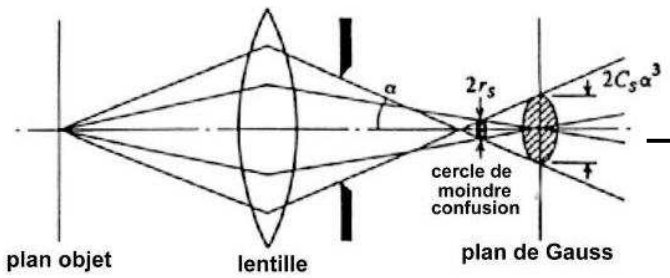
lentille finale (« objectif »)



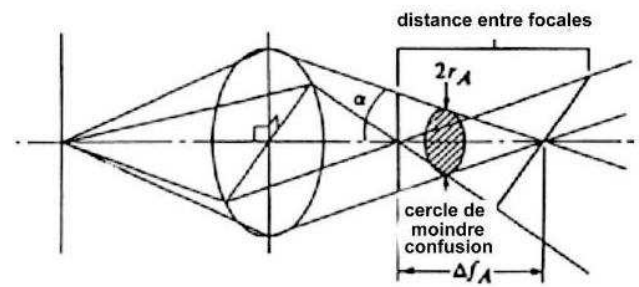


Lentilles électromagnétiques et aberrations

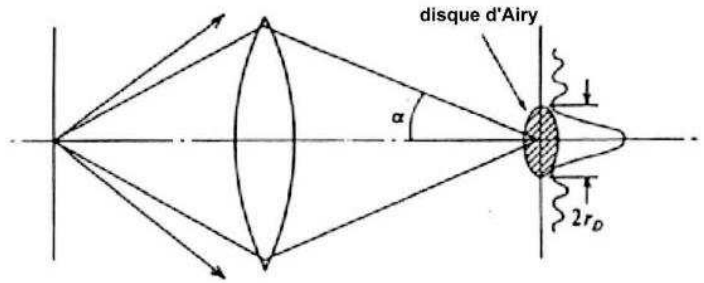
Aberration	Nature	Rayon du cercle d'aberration
Aberration géométrique	Aberration sphérique	$2r_S = \frac{1}{2} C_S \alpha^3$



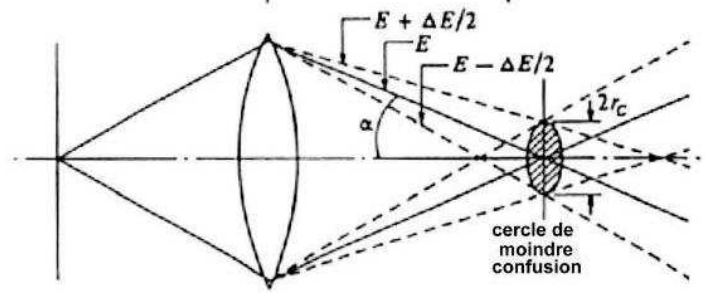
Aberration	Nature	Rayon du cercle d'aberration
Aberration asymétrique	Astigmatisme	$2r_A = \Delta f_A \alpha$



Aberration	Nature	Rayon du cercle d'aberration
Aberration "optique"	Diffraction	$2r_D = 1.22\frac{\lambda}{\alpha}$



Aberration due aux instabilités	Aberration chromatique	$2r_C = C_C \alpha \frac{\Delta E}{E}$



dépend de la lentille mais surtout :
- **de la contamination interne**
- **de l'échantillon**
- **de l'opérateur…**

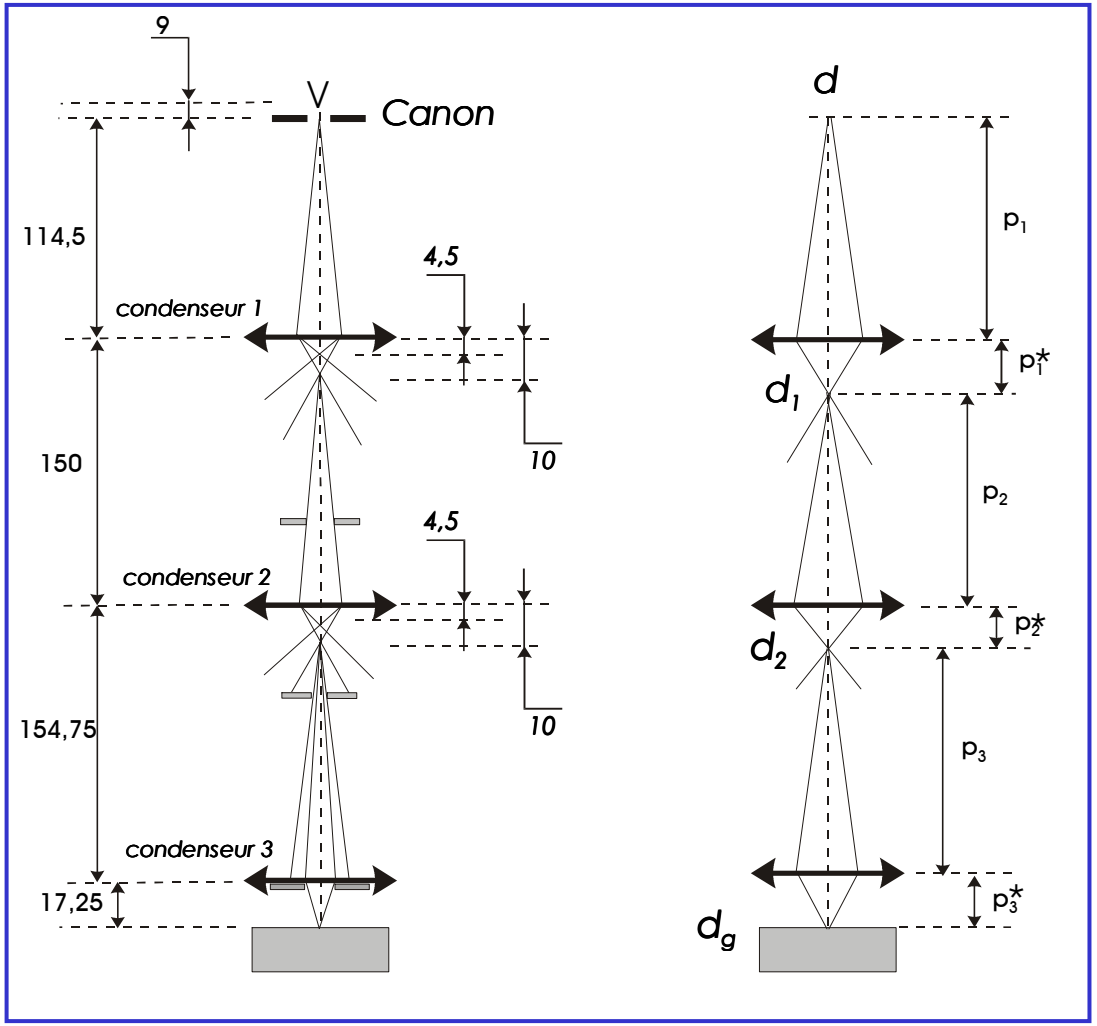
se corrige facilement

aberration importante :
croît avec l'ouverture du faisceau
(très faible ouverture)

généralement très faible en raison de la stabilité de la tension d'accélération

aberration peu importante
croît lorsque l'ouverture du faisceau diminue

La colonne électronique



diamètre réel de la sonde

$$d_0^2 = d_g^2 + d_S^2 + d_d^2 + d_C^2 \ (+d_B^2)$$

diamètre gaussien

$$d_g^2 = \frac{4I}{B\pi^2\alpha^2}$$

aberration sphérique

$$d_S = \frac{C_S}{2}\alpha^3$$

aberration de diffraction

$$d_d = 1{,}22\frac{\lambda}{\alpha}$$

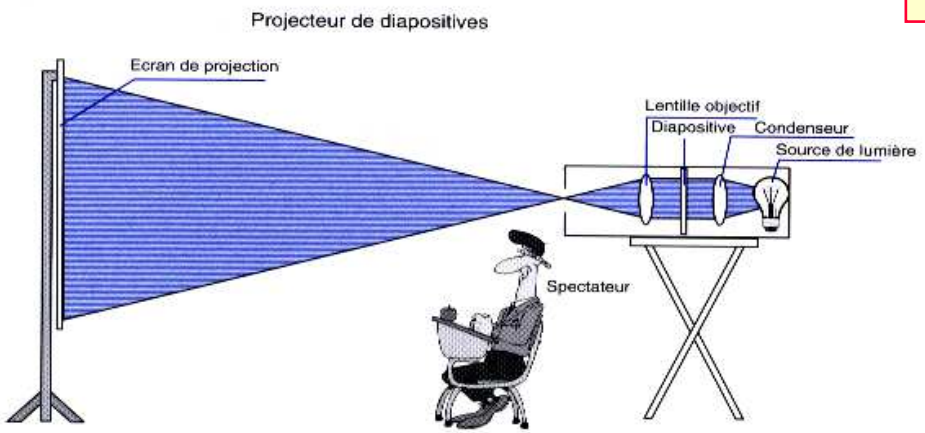
aberration chromatique

$$d_C = C_C\frac{\Delta E}{E}\alpha$$

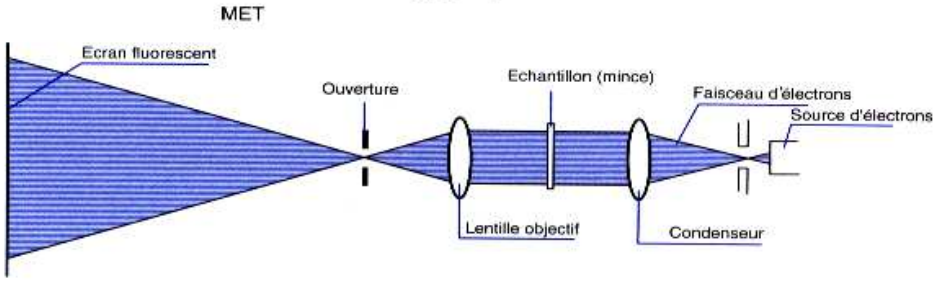
effet répulsif (FEG)

$$d_B = C_B\frac{I^{2/3}L^{2/3}}{V^{4/3}\alpha^{4/3}}$$

Les modes de formation d'image

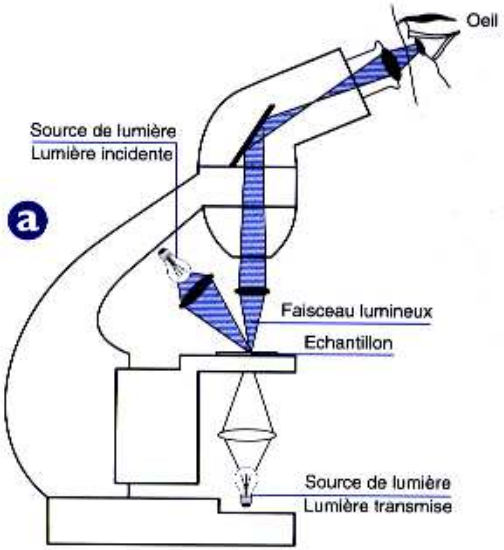


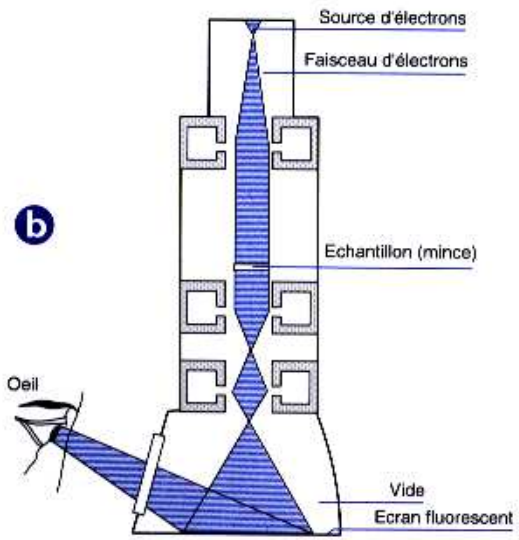
en mode direct



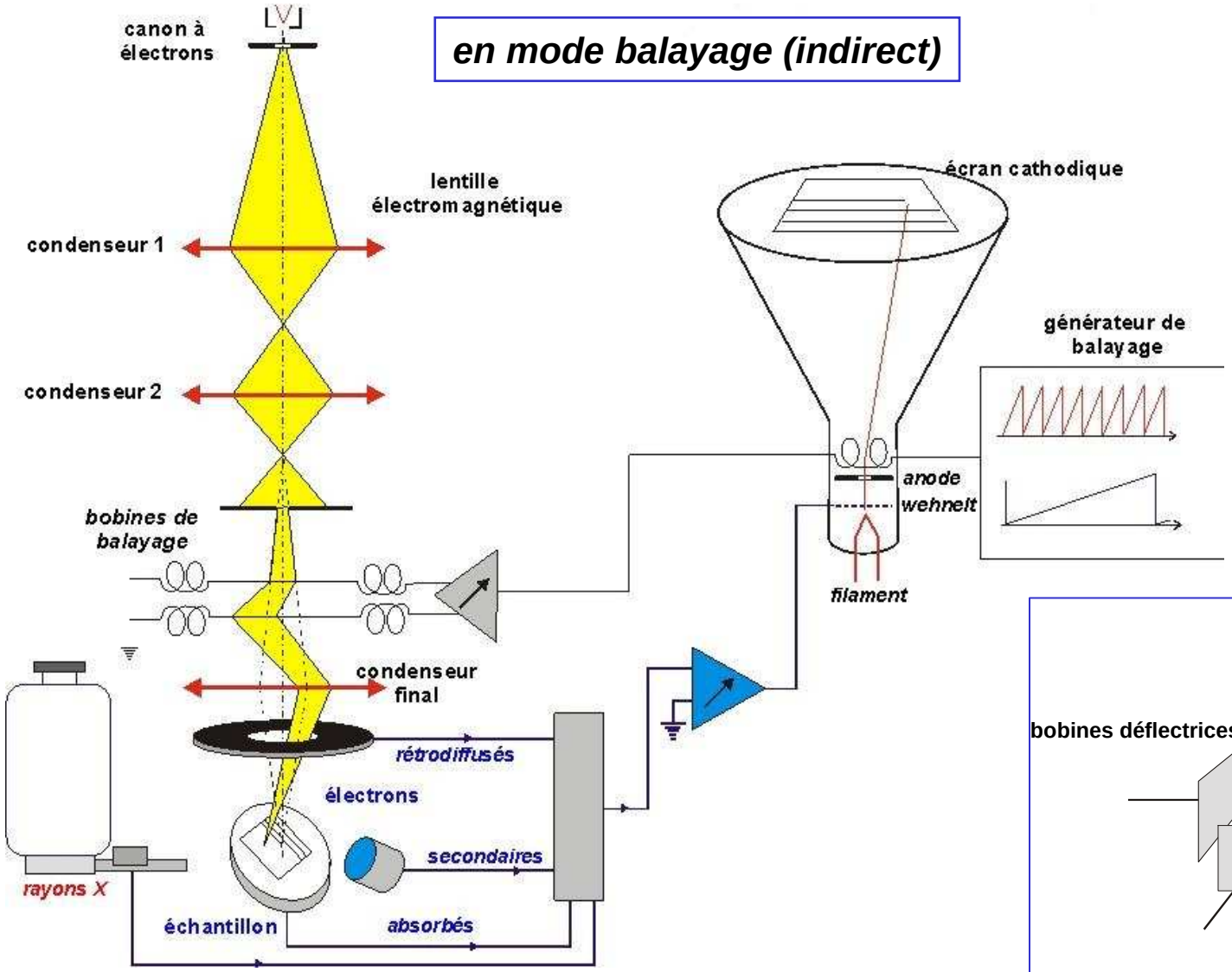
les microscopes optiques et électroniques en transmission

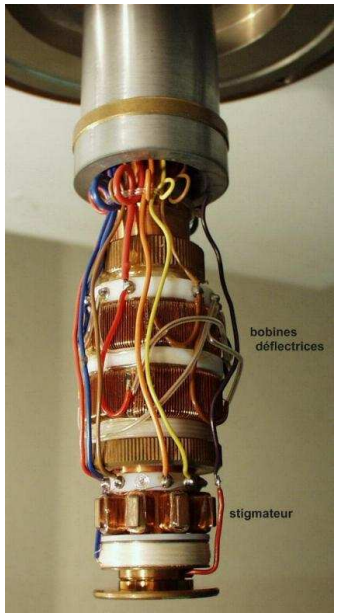
- L'échantillon est éclairé globalement
- l'image est obtenue à l'aide d'une optique

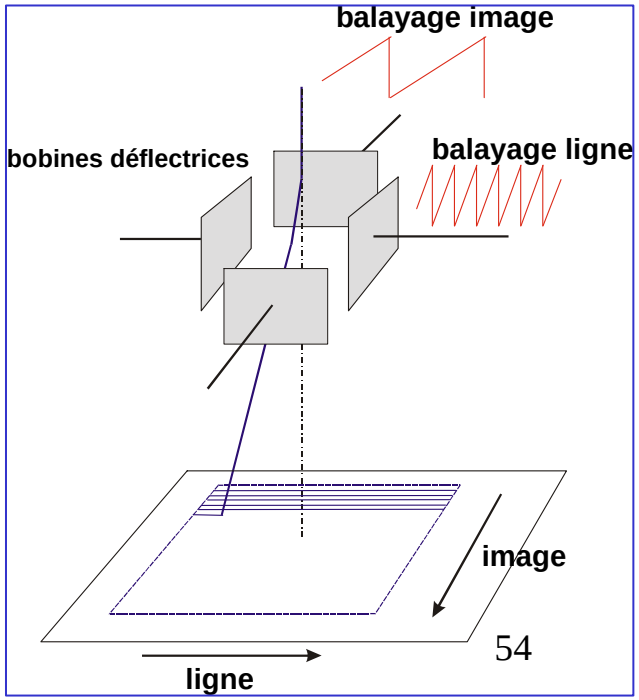




en mode balayage (indirect)

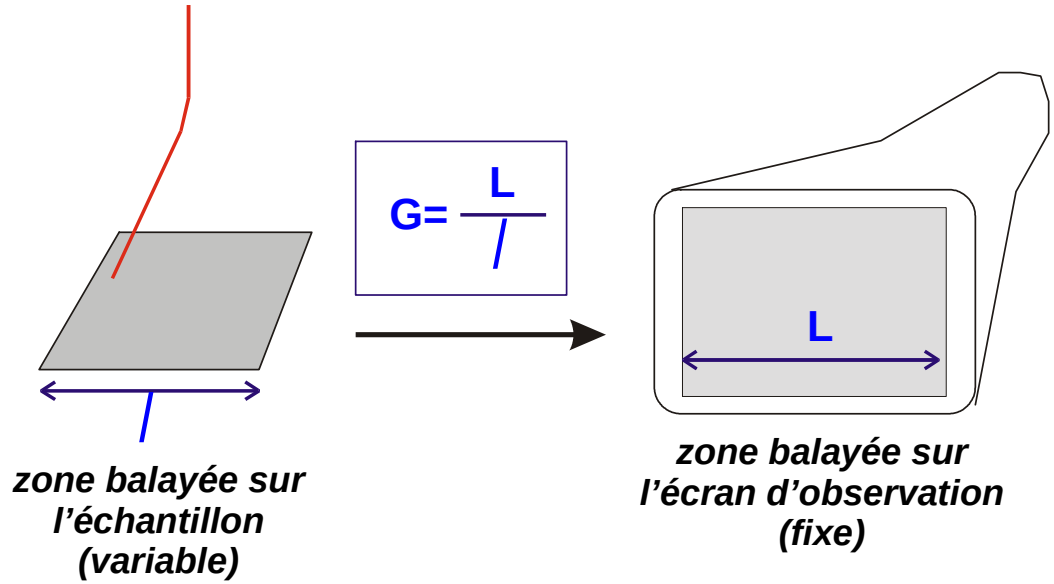






principe du mode balayage : le faisceau électronique est focalisé sur la cible et balaie une certaine surface. l'information recueillie en chaque point est utilisée pour former une image sur un tube cathodique dont le balayage est synchronisé sur celui du microscope

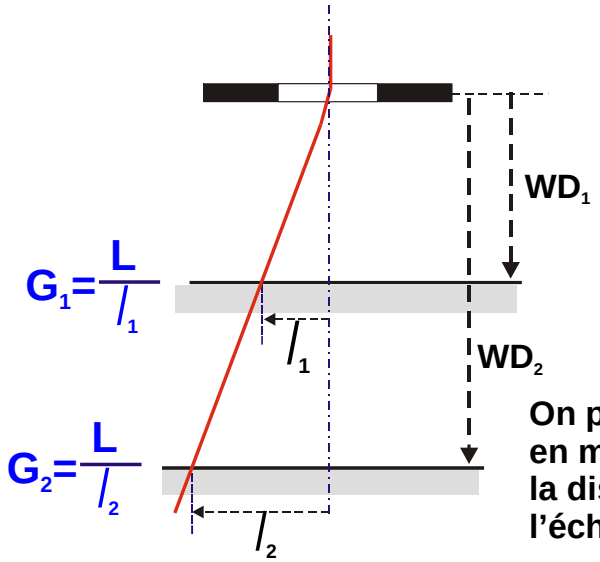
Le grandissement



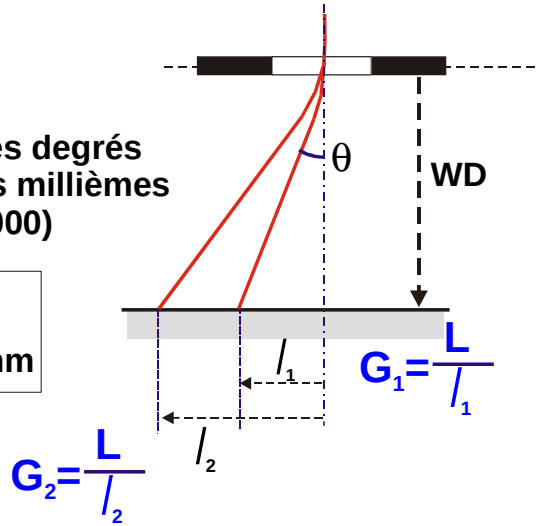
Le grandissement est égal au rapport de la distance balayée sur l'écran (fixe) à celle balayée sur l'échantillon (variable)

En faisant varier l'amplitude de déviation du faisceau électronique (intensité dans les bobines déflectrices) on fait varier le grandissement.

L'angle de déviation varie de quelques degrés (faible grandissement, 10) à quelques millièmes de radians (fort grandissement, >10.000)



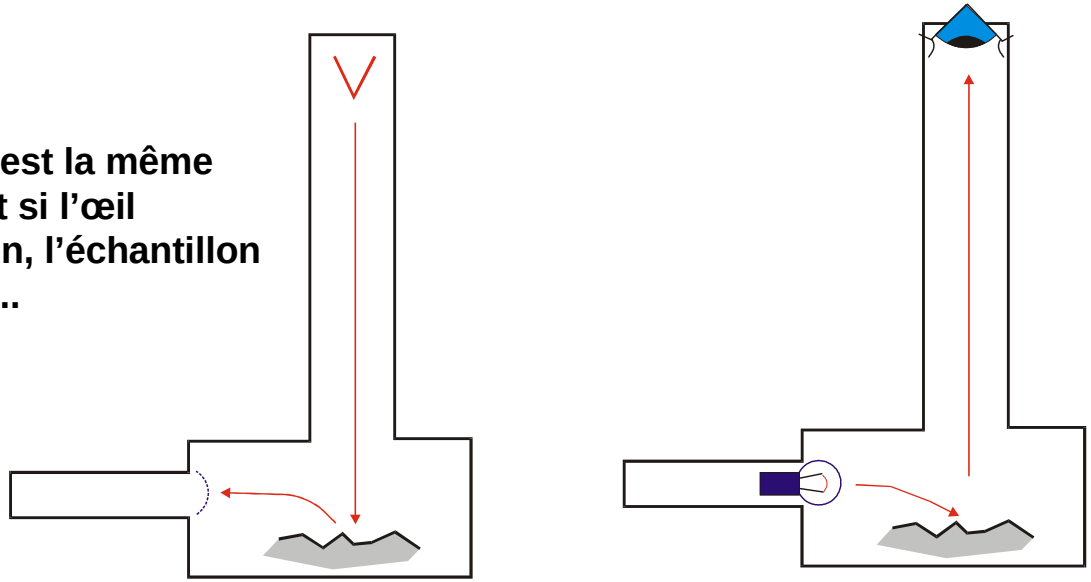
WD est de l'ordre de quelques cm,
l varie de quelques mm à quelques nm



On peut aussi faire varier le grandissement en modifiant la distance de travail, c'est à dire la distance entre le diaphragme final et l'échantillon.

Analogie optique du MEB

L'image obtenue sur l 'écran est la même que celle que l'on observerait si l'œil était placé au niveau du canon, l'échantillon étant éclairé par le détecteur...

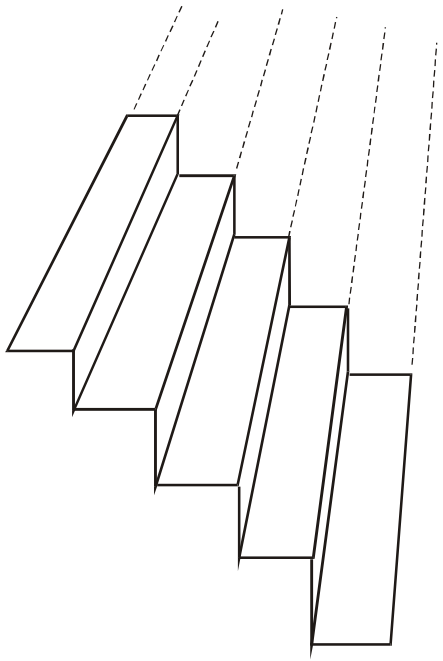


analogie optique du MEB

Le MEB donne une image 2D (sur l 'écran) d'un échantillon 3D

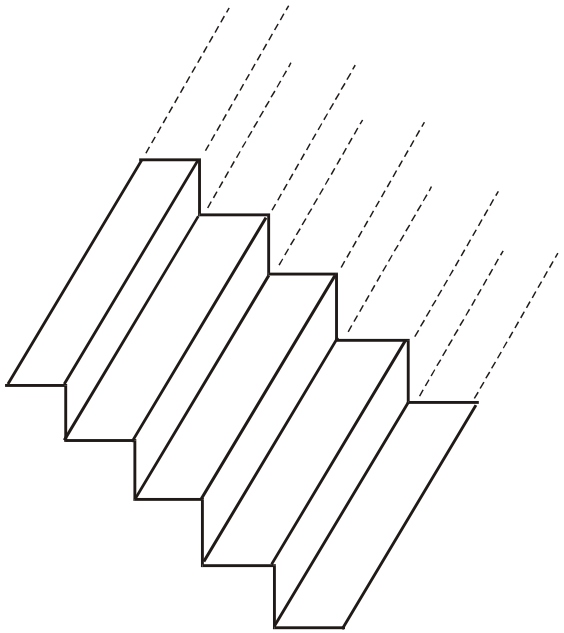
Il est important pour l'interprétation des images de connaître :
- la vision du relief
- le type de perspective
- les déformations possibles de l'image

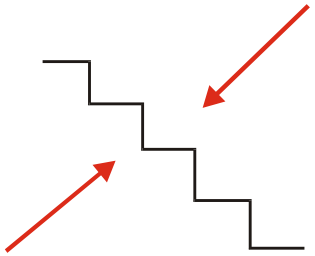
perspective et vision...



Notre cerveau est habitué à une vision stéréoscopique qui nous donne une perspective conique (avec lignes de fuite) nous permettant d'apprécier le relief.

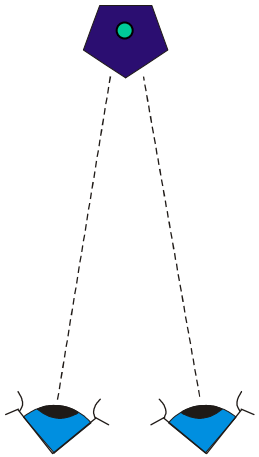
perspective conique (vision en relief binoculaire)





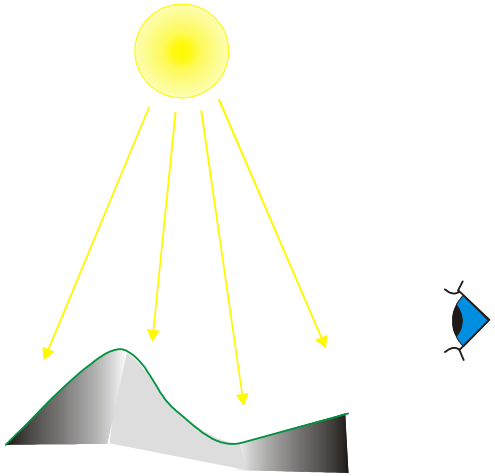
vue du dessous ou de dessus ?

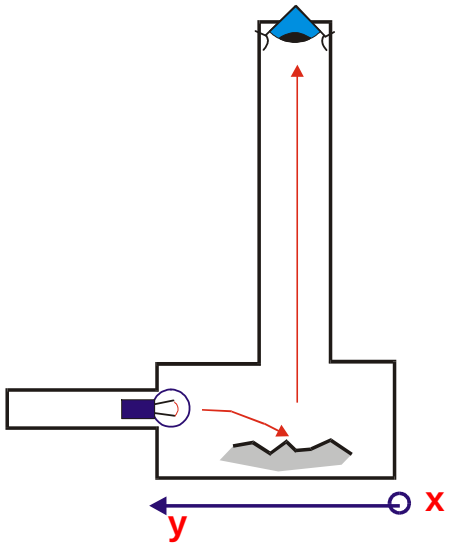
perspective cavalière (MEB)

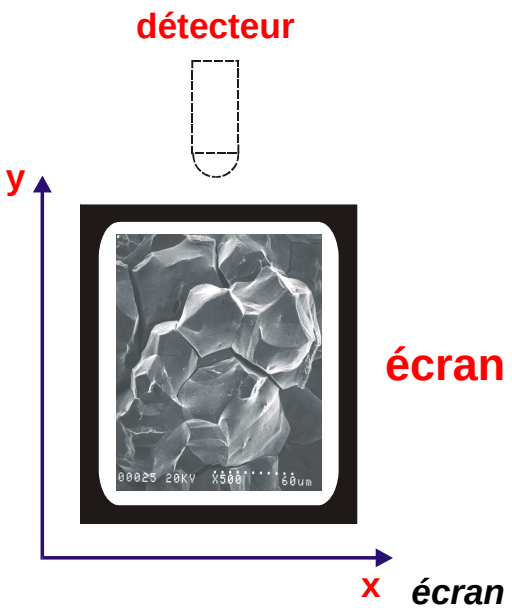


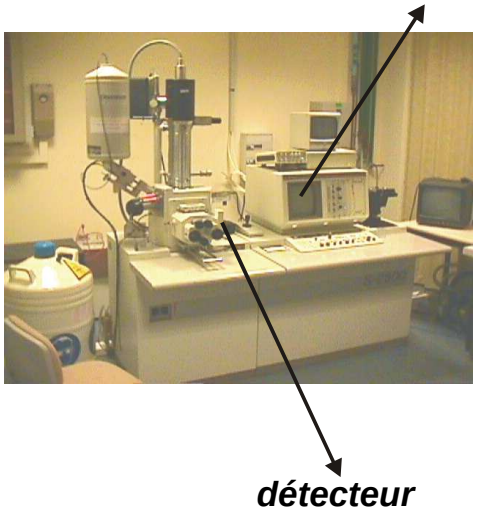
Ce n'est pas le cas du MEB qui donne des images en perspective cavalière (sans ligne de fuite) ne permettant pas d'apprécier de manière formelle le relief.

Interprétation du relief









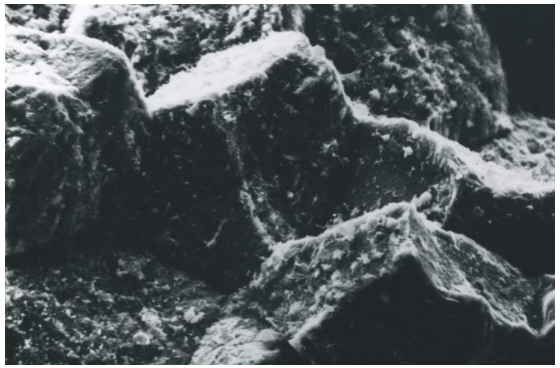


image normale

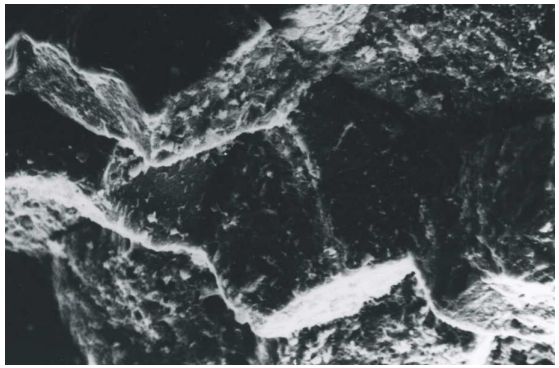
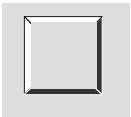
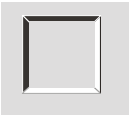
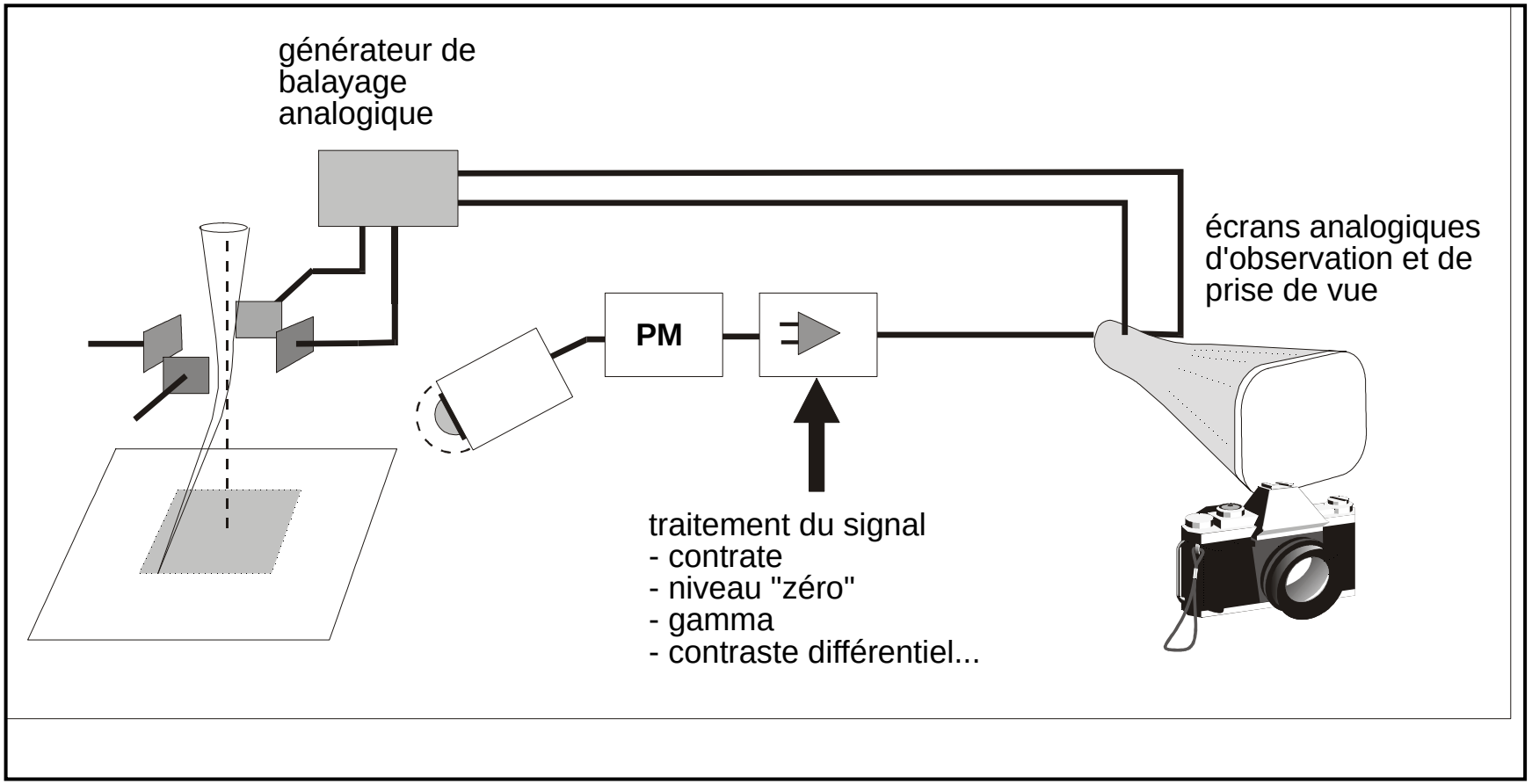


image inversée de 180°

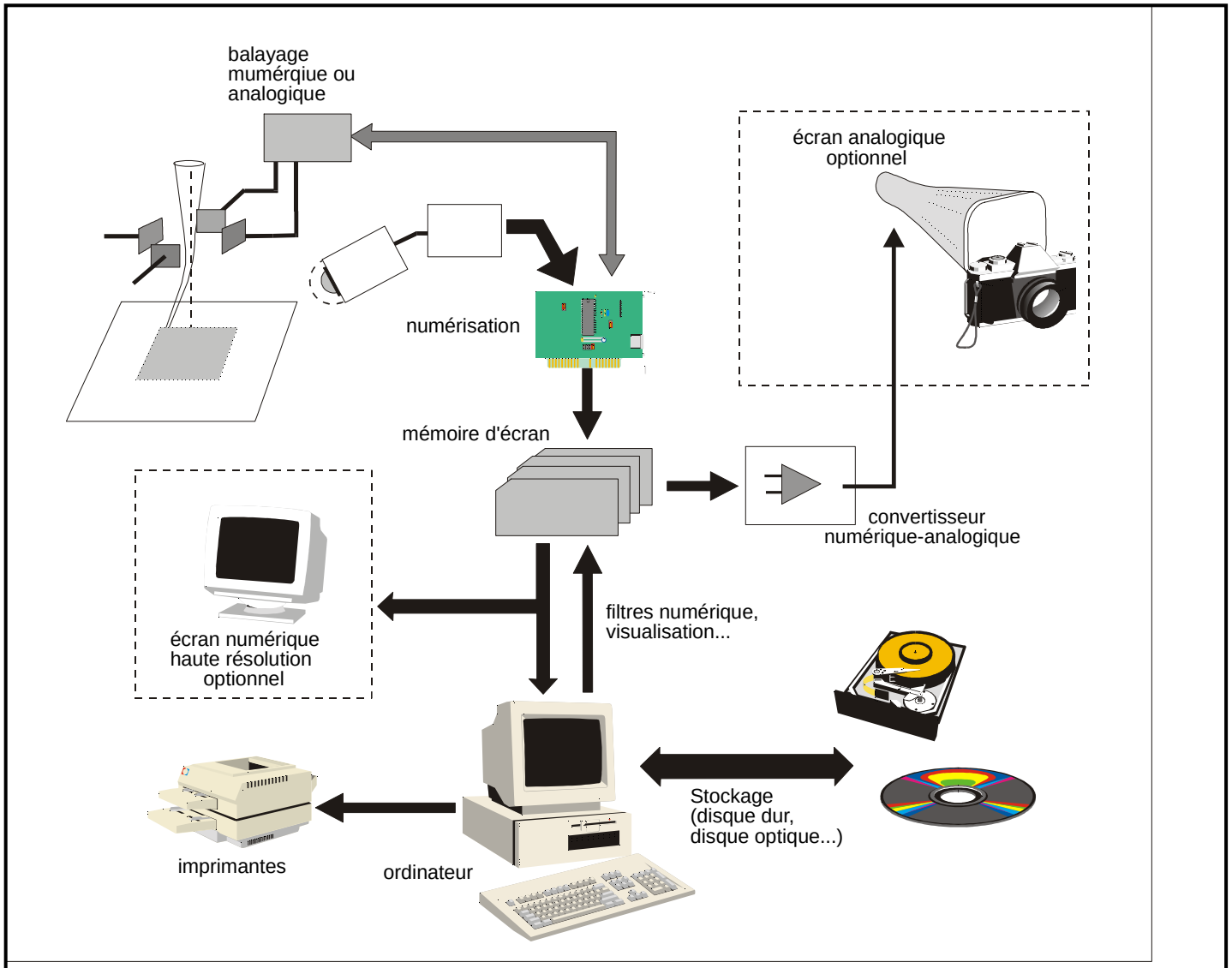


Inversion apparente du relief





Structure du MEB analogique



Structure du MEB numérique

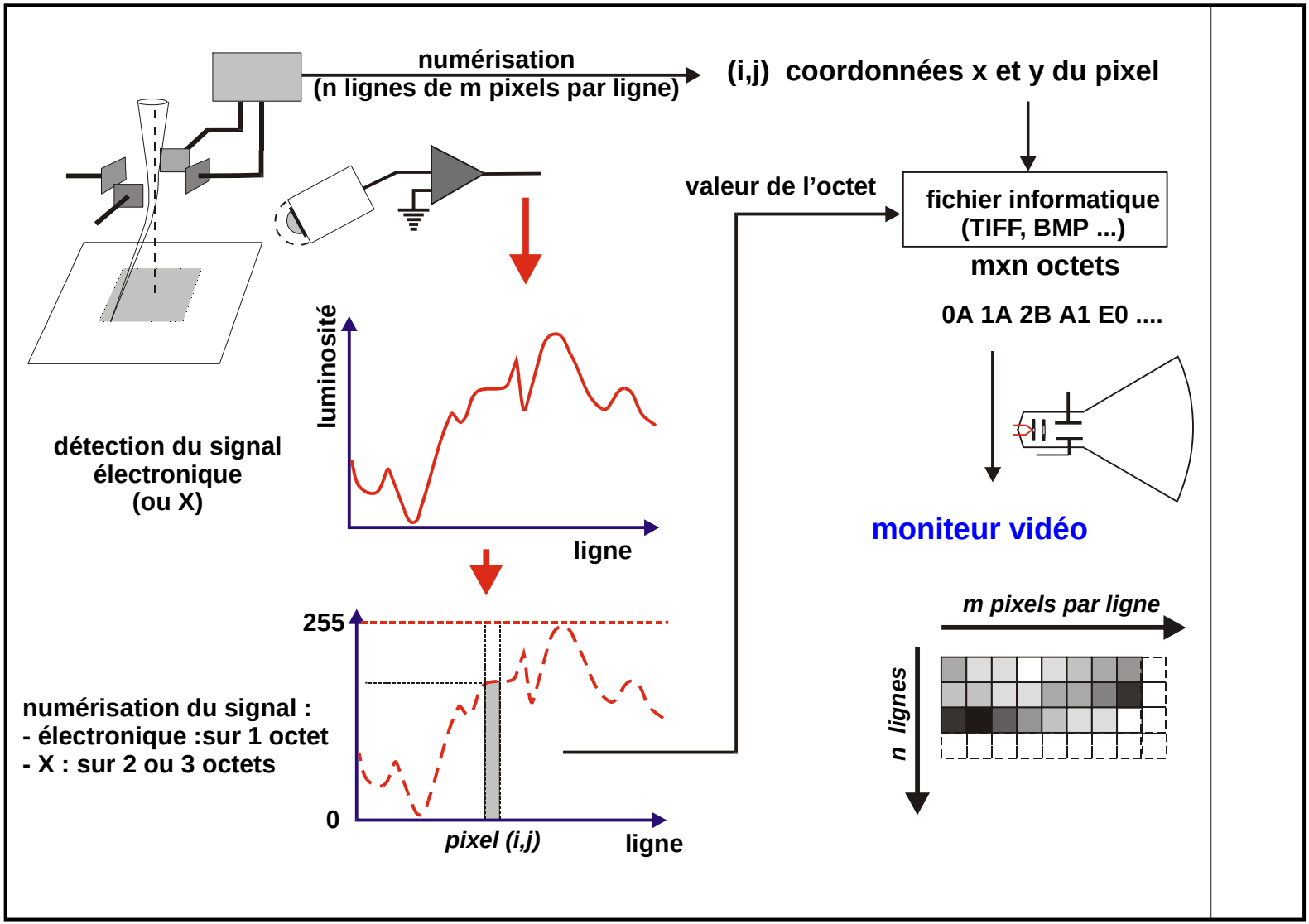


image en mode numérique

Intérêt de l'imagerie numérique

Formation d'image par balayage rapide et accumulation

- *amélioration du rapport signal-sur-bruit*
- *réduction des effets de charge*
- *dégradation moindre des échantillons fragiles*

Stockage informatique des images

Disque dur, CD ROM etc…
- *document en réseau*
- *accessibilité accrue*
- *base de données…*

Impression informatique de l'image

Evite la photo argentique (long et cher)
- *rapide et peu cher (laser)*
  (quelques centimes/page)
- *haute qualité (et plus cher, quelques francs/page)*
  (jet d'encre, sublimation..)

Filtrage, traitement.. numérique

amélioration aisée des photos
meilleur contraste (ajustable)
traitement quantitatif…

Rupture fragile d'un acier

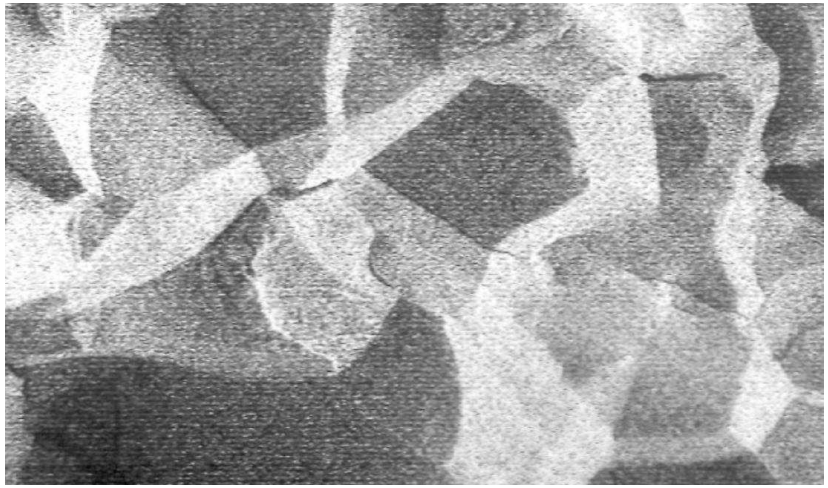
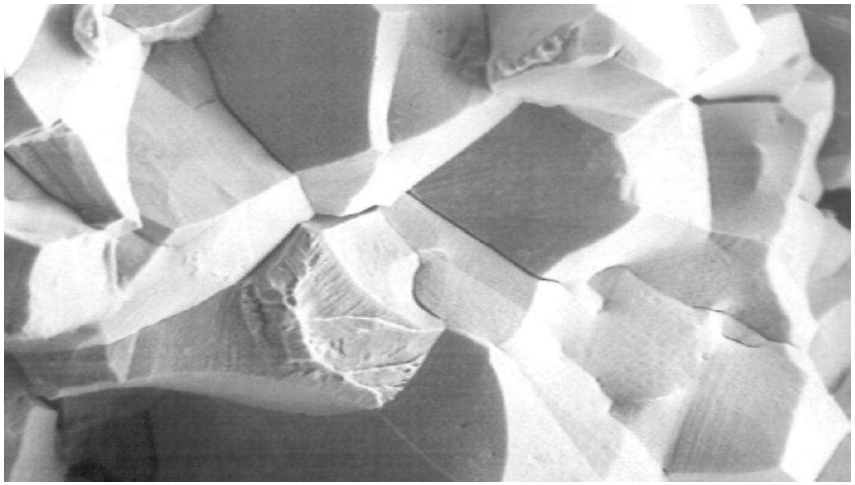
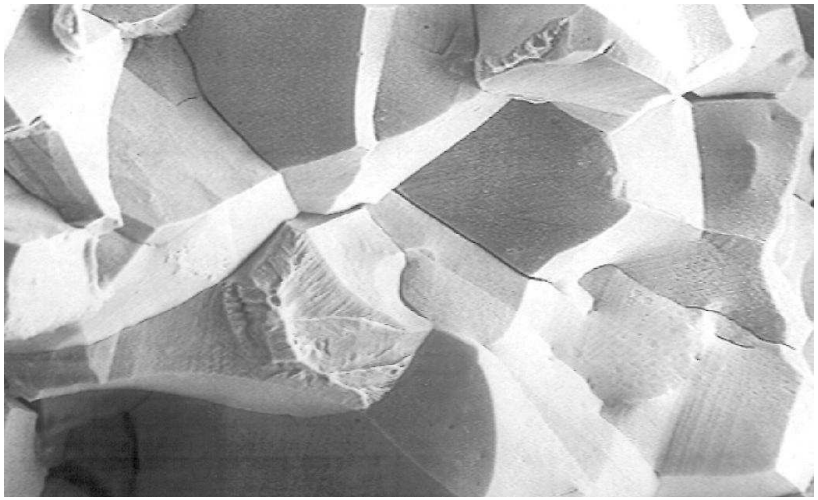


Image en balayage rapide sans accumulation

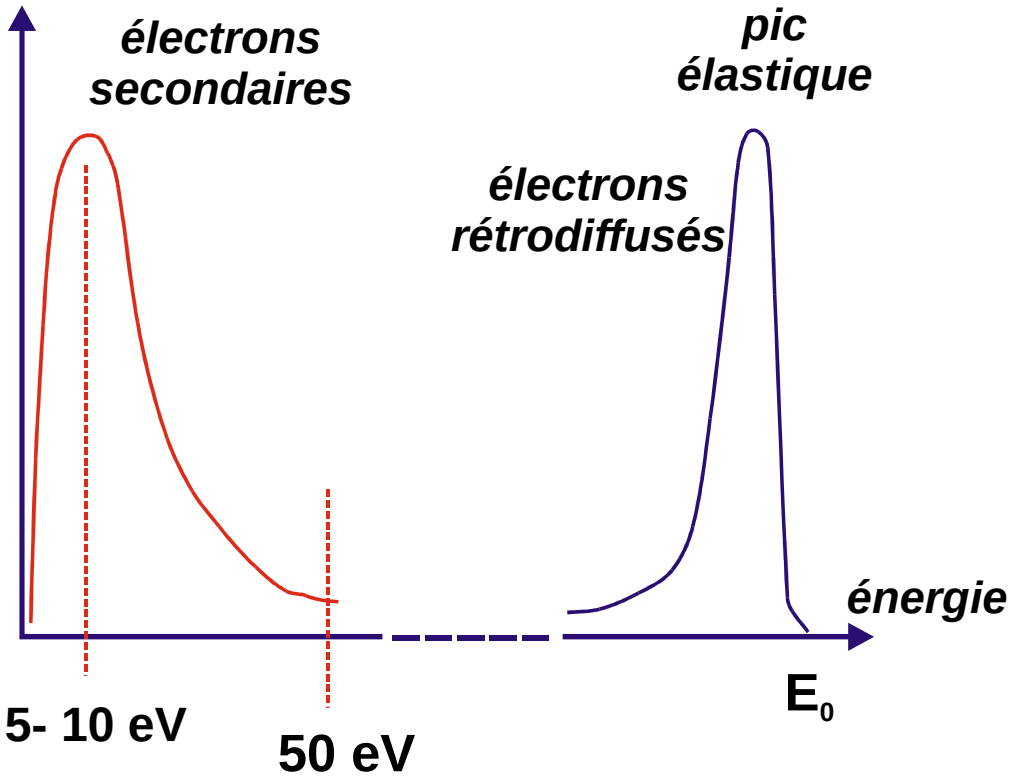


accumulation de 16 images en balayage rapide
(RSB amélioré par 4)



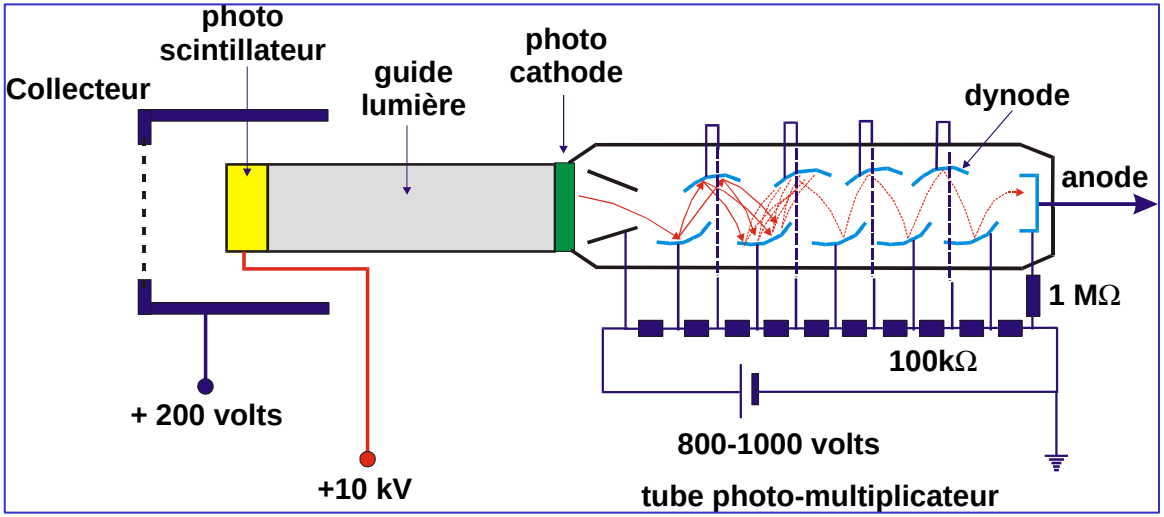
Après application d'un filtre numérique d'amélioration de la résolution

Les détecteurs d'électrons

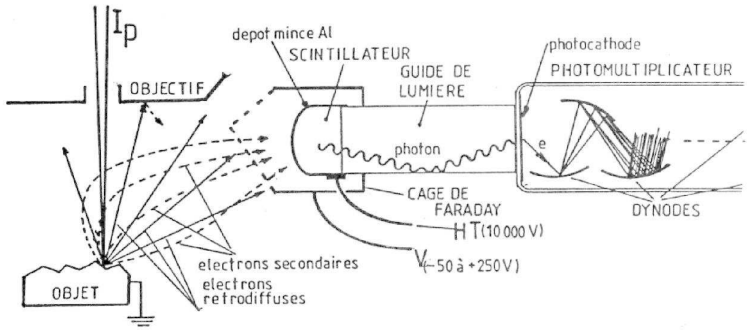


- **les électrons secondaires :**
  - **faible énergie (5 eV, <50eV)**
  - **contraste topographique**
- **les électrons rétrodiffusés**
  - **forte énergie (>50eV, E0)**
  - **contraste de composition**
  - **contraste topographique**

Les électrons secondaires : le détecteur d'Everhart et Thornley (1960)



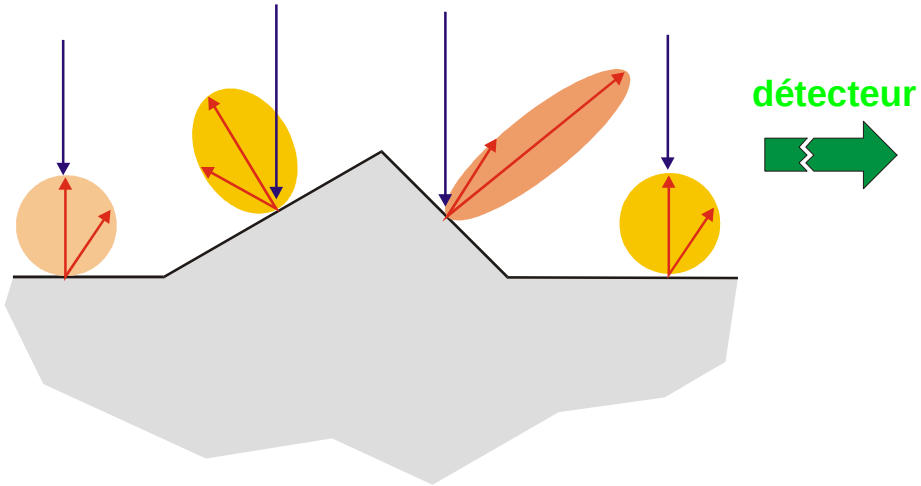
Un collecteur (« grille ») polarisé vers 200 V attire les électrons secondaires. Ils sont ensuite accélérés sous un champ de 10 à 12kV vers un photo-scintillateur qui les transforme en photons. Canalisés par un guide lumière ces photons sont transformés en électrons par une photo cathode qui forme la fenêtre d'entrée d'un tube photo-multiplicateur (PM). Le facteur d'amplification peut dépasser 10^6.



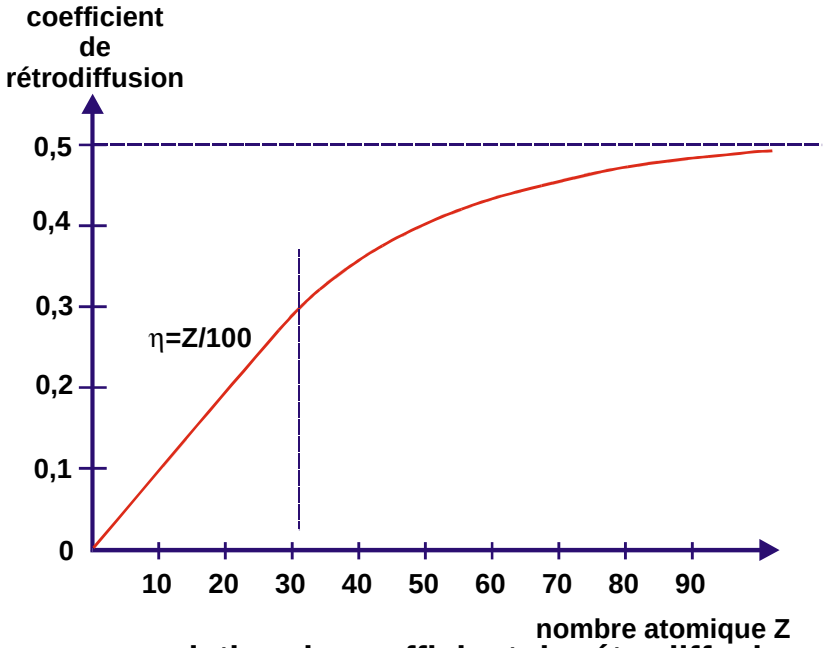
Un électron incident, accéléré sous 10kV, peut produire plusieurs millions d'électrons à la sortie du PM

Les électrons rétrodiffusés

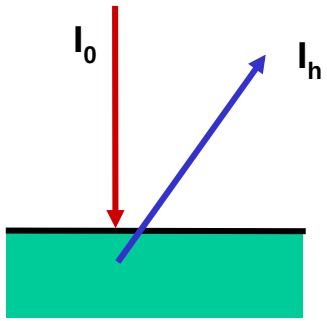
- contraste topographique
- contraste de composition



distribution spatiale de l'émission électronique selon la topographie



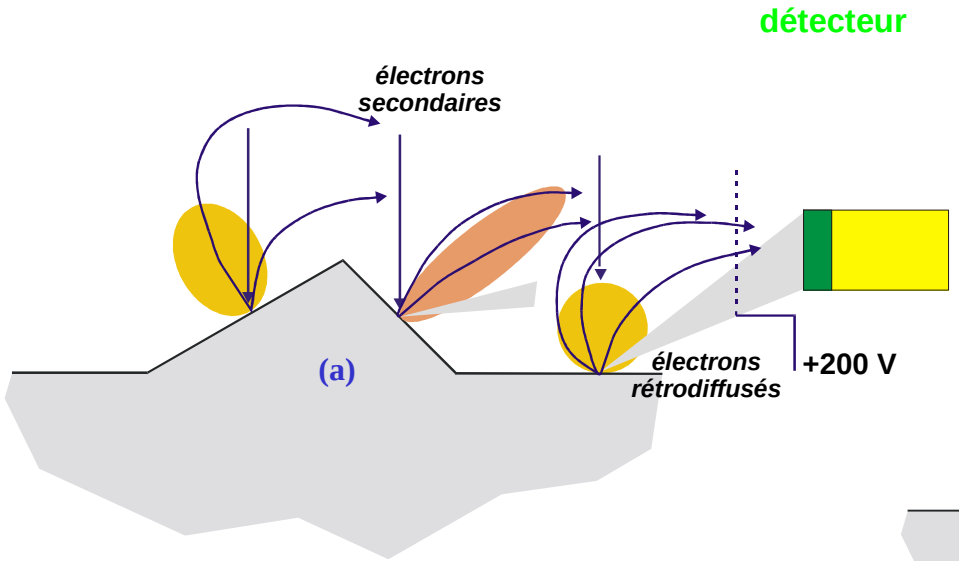
variation du coefficient de rétrodiffusion en fonction du nombre atomique

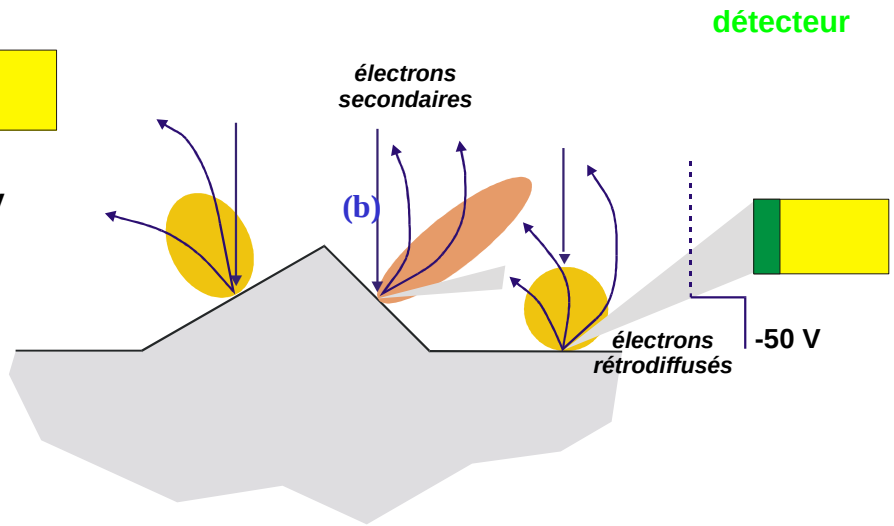


$$I_\eta = \eta\, I_0$$

a) Au moyen du détecteur d'Everhart-Thorney

Si on polarise négativement le collecteur (-50 volts), les électrons secondaires seront repoussés et seuls les électrons rétrodiffusés pénétreront dans le détecteur.

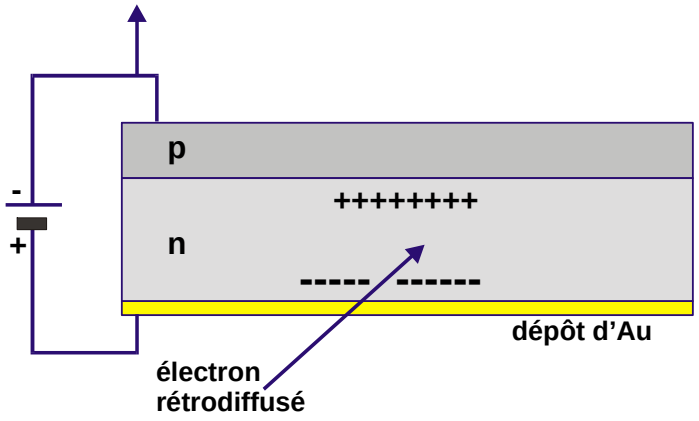




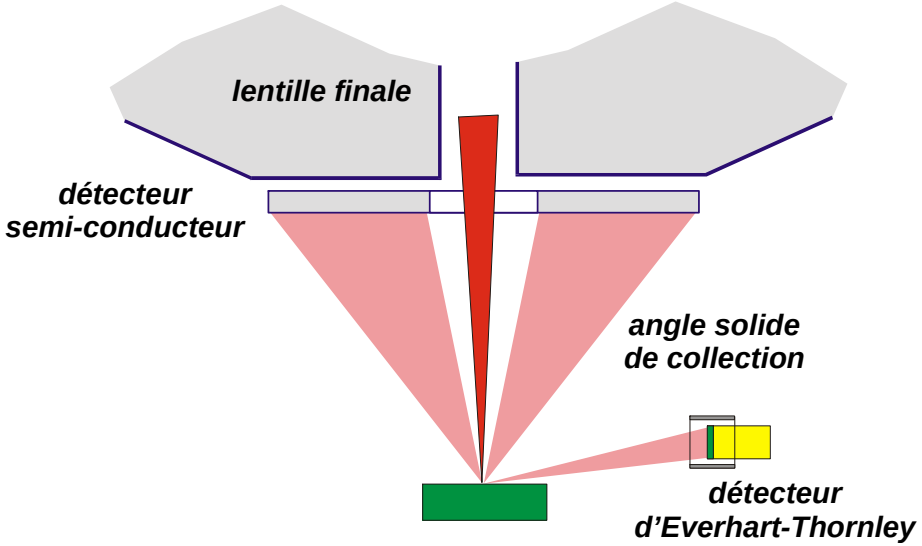
- a : collecteur polarisé positivement
les électrons secondaires sont attirés

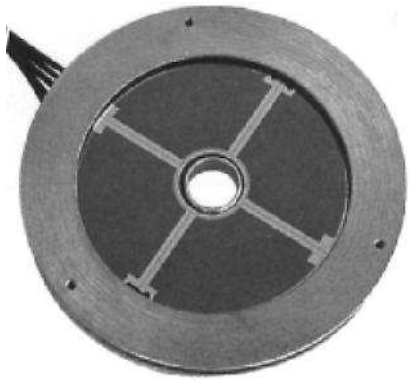
- b : collecteur polarisée négativement
les électrons secondaires sont repoussés
pas de changement pour les rétrodiffusés

b) les détecteurs solides (diodes)



Il s'agit d 'une jonction p-n polarisée en inverse. L'électron va libérer dans le semi-conducteur une charge électrique (création de paires trous-électrons).
Le détecteur est circulaire et placé au dessus de l'échantillon. L'angle solide de collection est considérablement augmenté et correspond au maximum d'émission pour un échantillon plan (loi de Lambert)





Le détecteur est constitué généralement de plusieurs secteurs (de 2 à 6)

autres détecteurs :
- diode Schottky
- galette de micro-canaux (channel-plate)

Le MEB : Les différents contrastes

- **Contraste topographique**

- **Contraste de numéro atomique**

  observation des différentes phases de l'échantillon

  (plan et poli)

- **Contraste chimique**

  - *spectre élémentaire*

    composition chimique quantitative

  - *carte de répartition des éléments ("image X")*

- **Contraste cristallographique**

  - *pseudo-Kikuchi, EBSP* — *structure cristallographique et texture locales*

- **Contraste magnétique**

- **Contraste de potentiel**

  } *(Pour la microélectronique)*

- **EBIC**

  (Electron Beam Induce Current)

- **Cathodoluminescence**

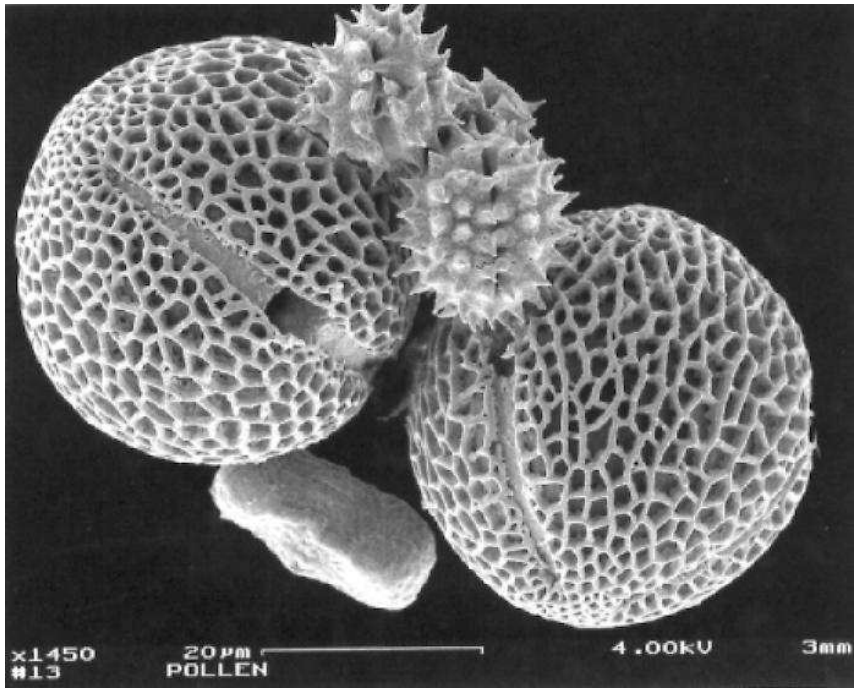
  semi-conducteur : dopage, porteurs, structure ...

vue stéréoscopique, analyse d'images ...

Le MEB : les différents contrastes

- le contraste topographique

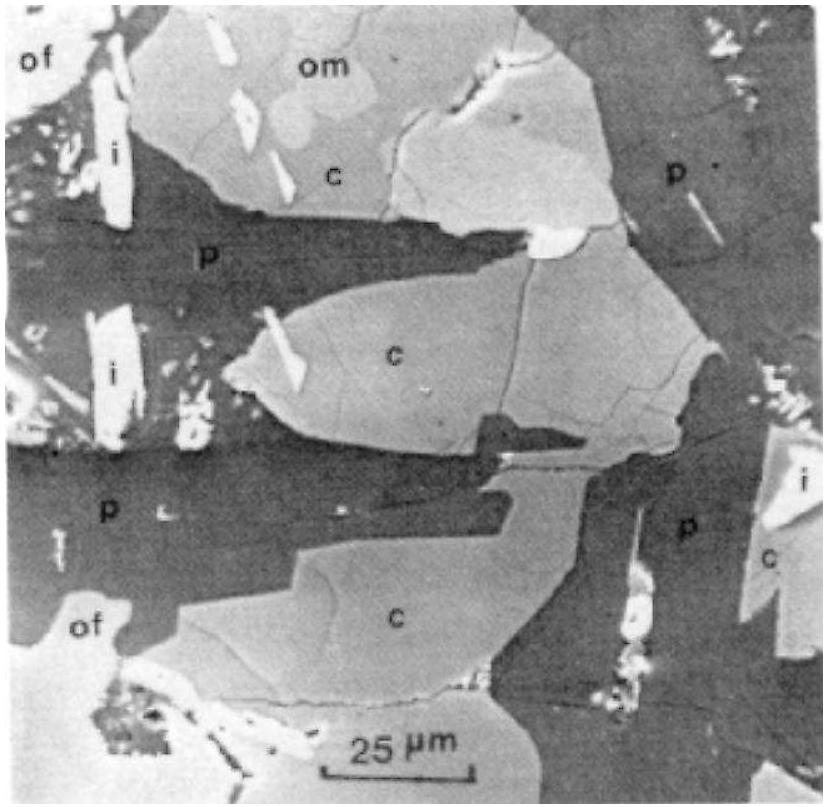
pollen



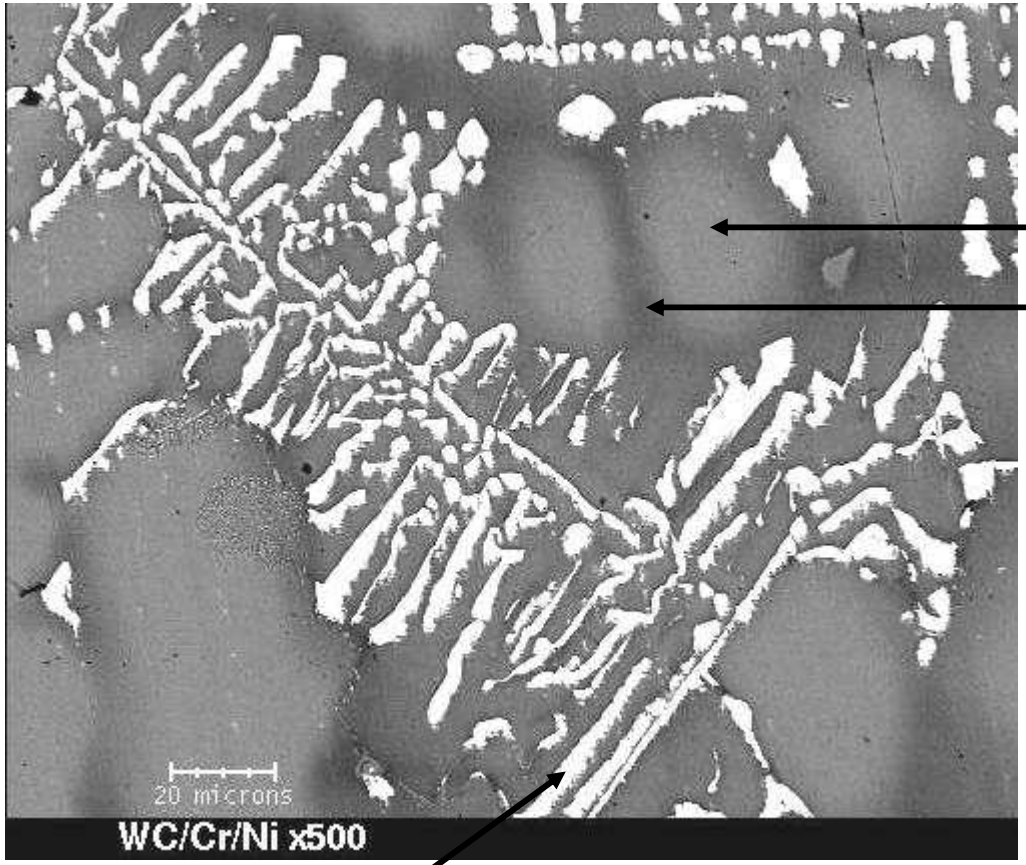
- **électrons secondaires**
  (éventuellement rétrodiffusés)
- **échantillon sans préparation particulière**
  (cas des échantillons isolants)

- le contraste de composition

-électrons rétrodiffusés



échantillon minéralogique



dendrite ***(enrichie en Ni)***

espace inter-dendritique
(un peu plus riche en Cr)

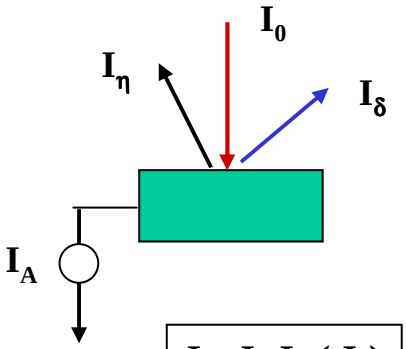
plus le Z̄ de la phase est élevé, plus la phase apparaîtra claire

WC

image en électrons rétrodiffusés
précipités de WC dans un alliage Ni-Cr

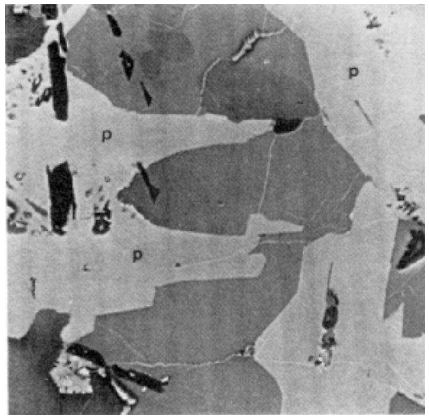
- le contraste de composition

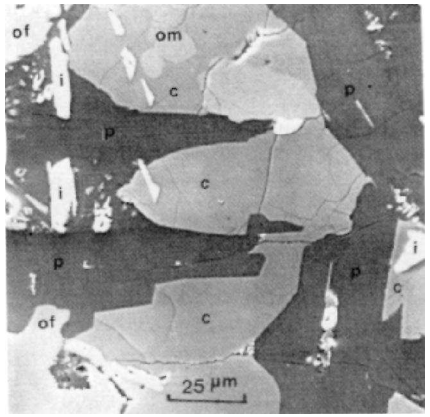
-électrons absorbés



$$I_A = I_0 - I_\eta\ (-I_\delta)$$

(courants électroniques)





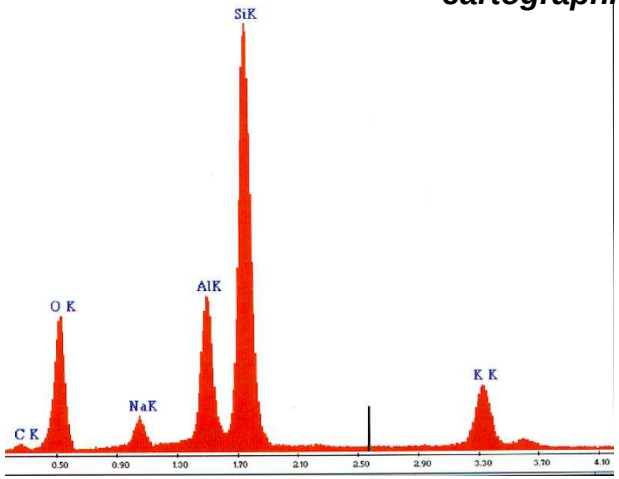
absorbés ***rétrodiffusés***

complémentaire, mais moins performants (amplificateur plus lent)

- le contraste chimique

- spectre élémentaire (analyse qualitative et quantitative)

- cartographie X : image de répartition



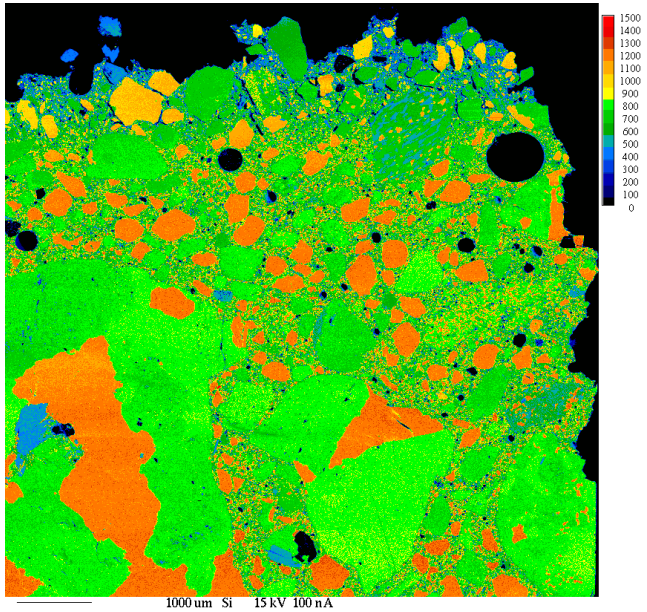
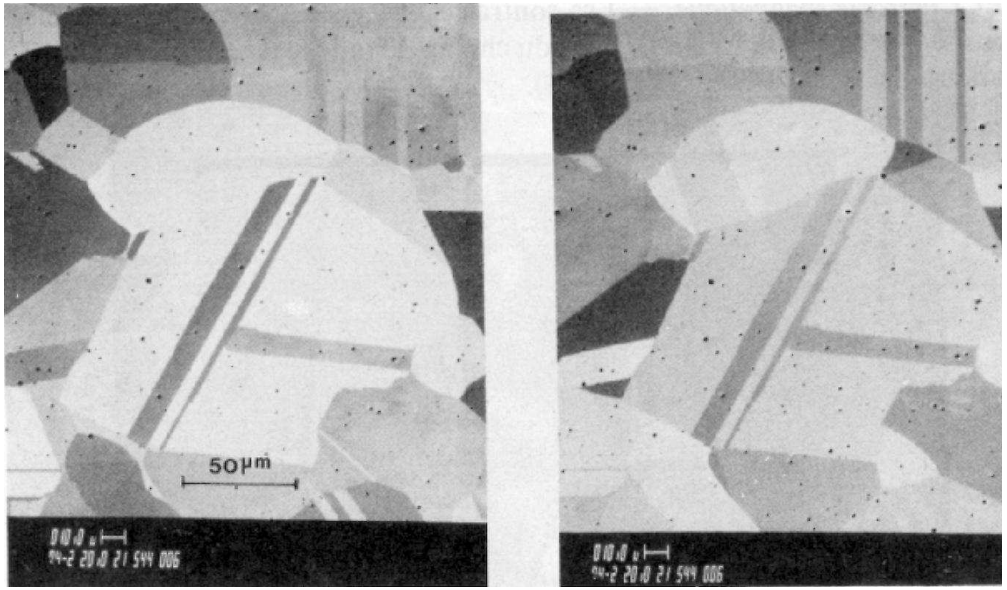


Image X du Si dans un mortier

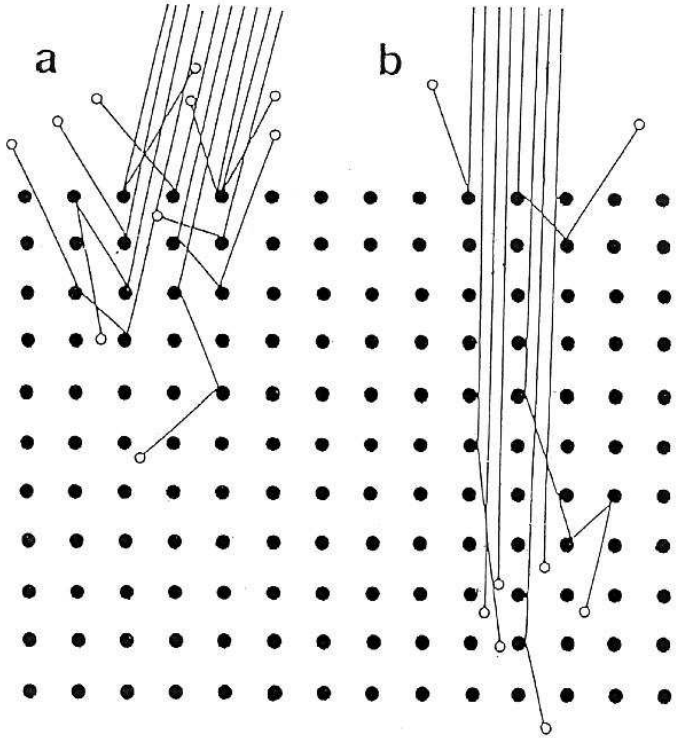
- le contraste cristallographique : mode direct

Phénomène de canalisation des électrons primaires en fonction de l ’orientation cristallographique (observation en électrons rétrodiffusés)

Pour ce genre d ’observation, l’échantillon doit subir un polissage électro-chimique (éviter l’écrouissage de surface)



Une faible variation de l ’angle de tilt (1,5°) peut entraîner une forte variation du contraste

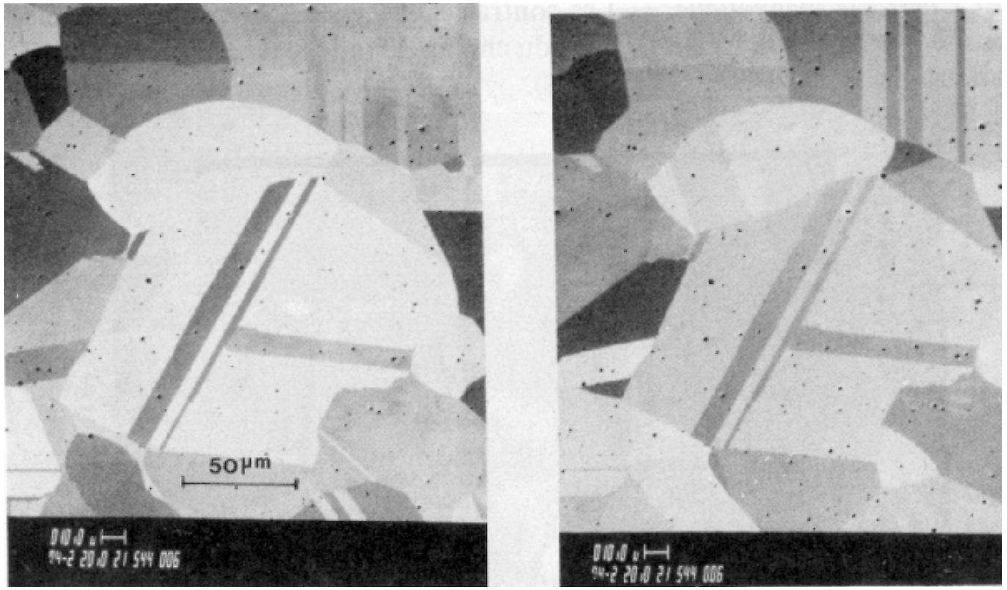


canalisation des électrons

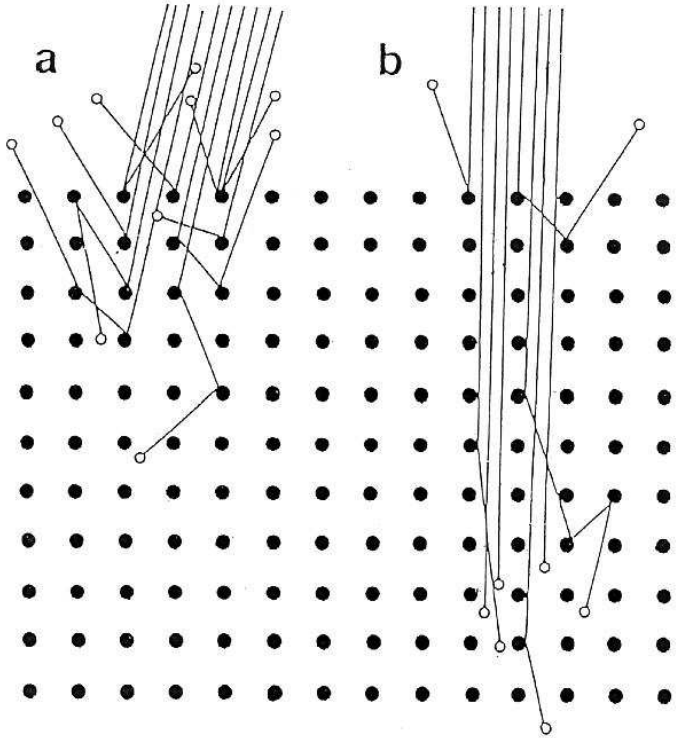
- le contraste cristallographique : mode direct

Phénomène de canalisation des électrons primaires en fonction de l ’orientation cristallographique (observation en électrons rétrodiffusés)

Pour ce genre d ’observation, l’échantillon doit subir un polissage électro-chimique (éviter l’écrouissage de surface)



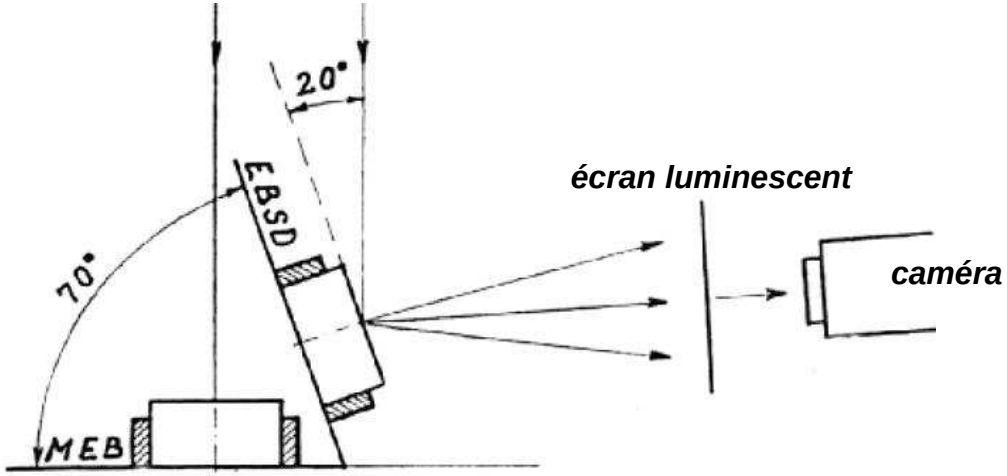
Une faible variation de l ’angle de tilt (1,5°) peut entraîner une forte variation du contraste

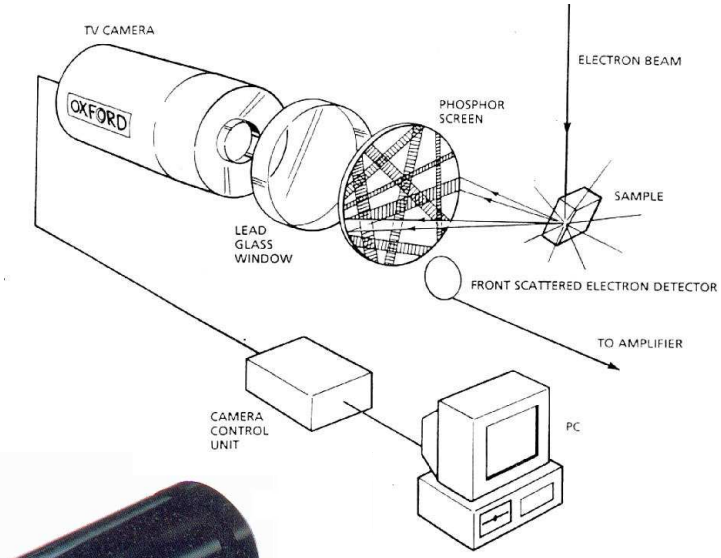


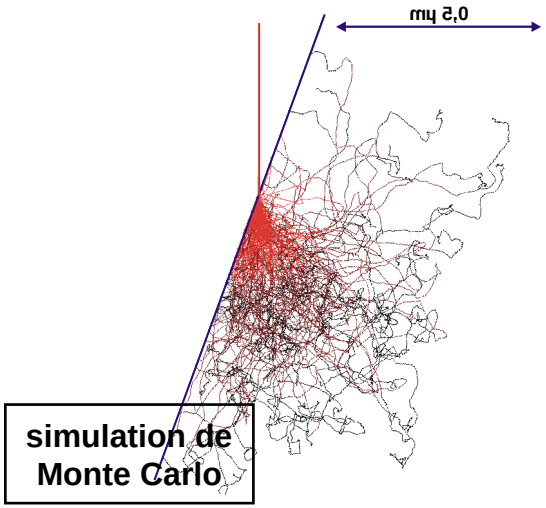
canalisation des électrons

- le contraste cristallographique : l 'EBSD (Electron Back Scattering Diffraction)

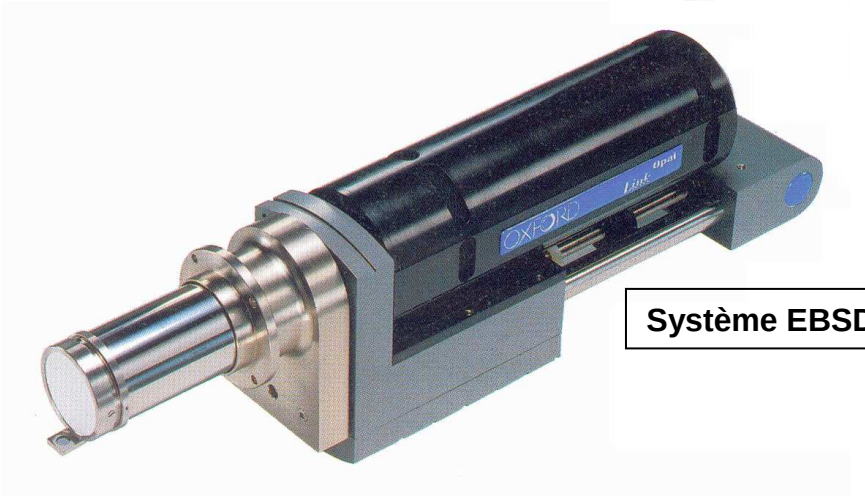
Le faisceau est ponctuel. L'échantillon est fortement incliné et les électrons diffractés sont analysés en mode réflexion.





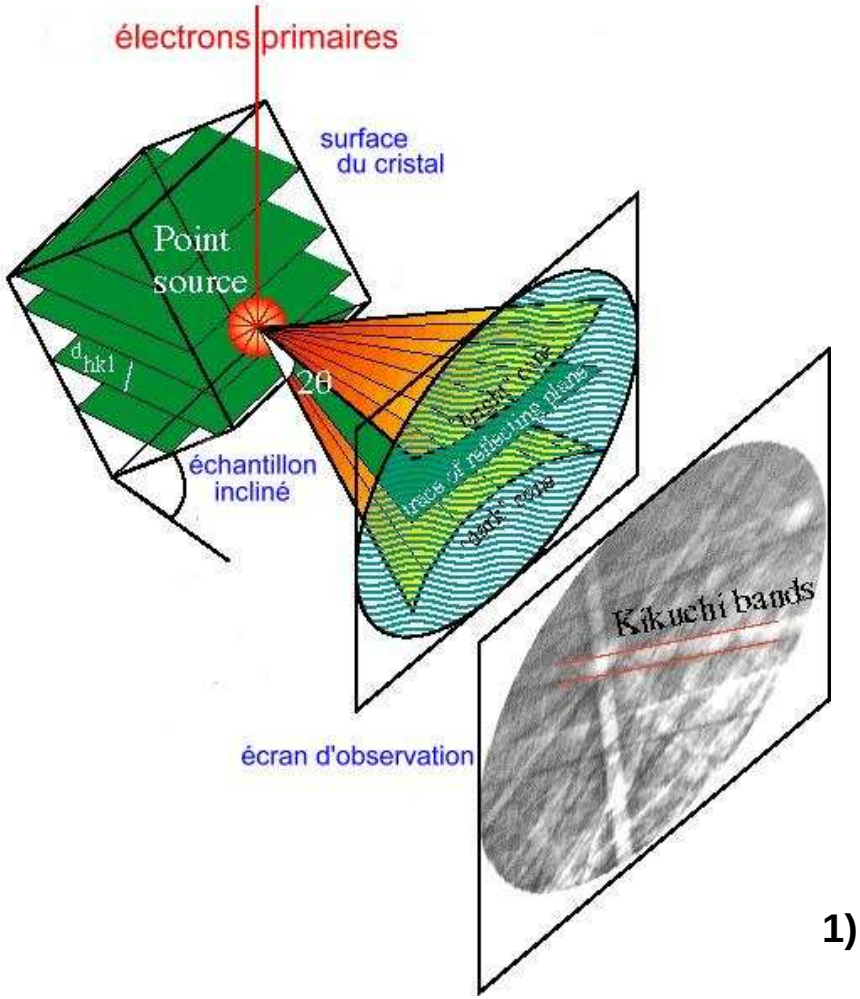


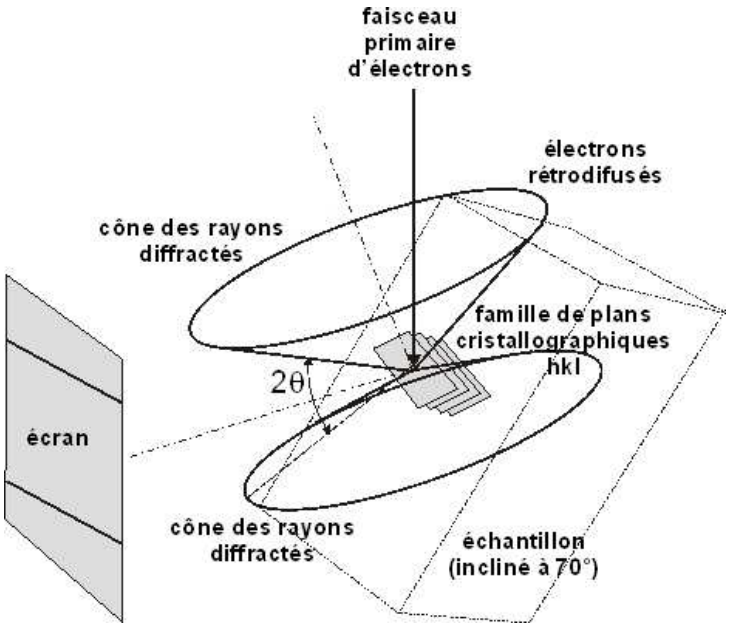
simulation de Monte Carlo

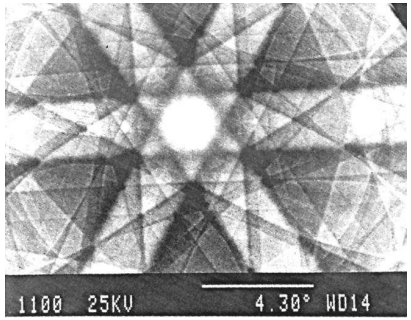


Système EBSD (document Oxford)

Formation de bandes de KIKUCHI







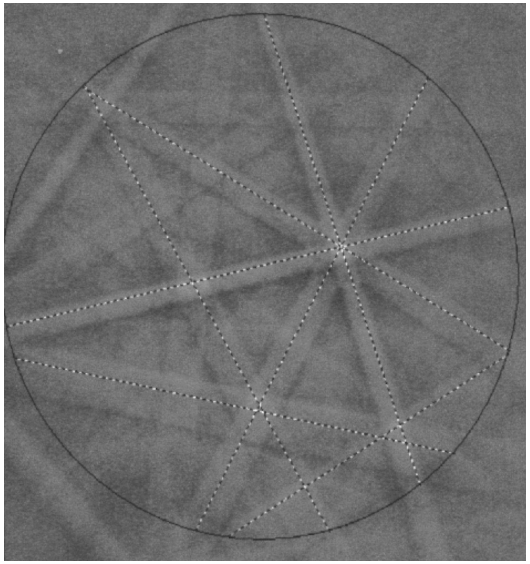
bande de Kikuchi

1) L'échantillon est fortement incliné (70°) par rapport au faisceau incident

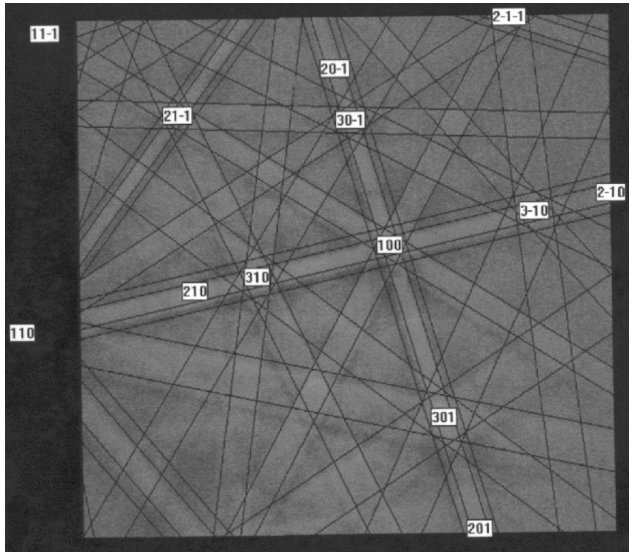
2) les électrons rétrodiffusés peuvent être diffractés par une famille de plans cristallins hkl située près de la surface si cette famille est en position de Bragg

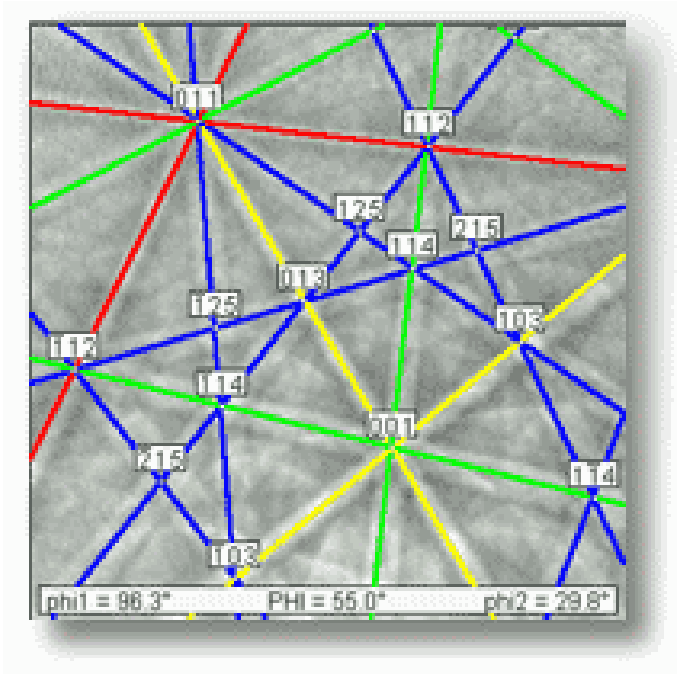
3) les faisceaux diffractés sont distribués sur 2 cônes qui seront interceptés par l'écran d'observation

4) l'angle θ étant très petit, les courbes d'intersection sont quasiment des droites

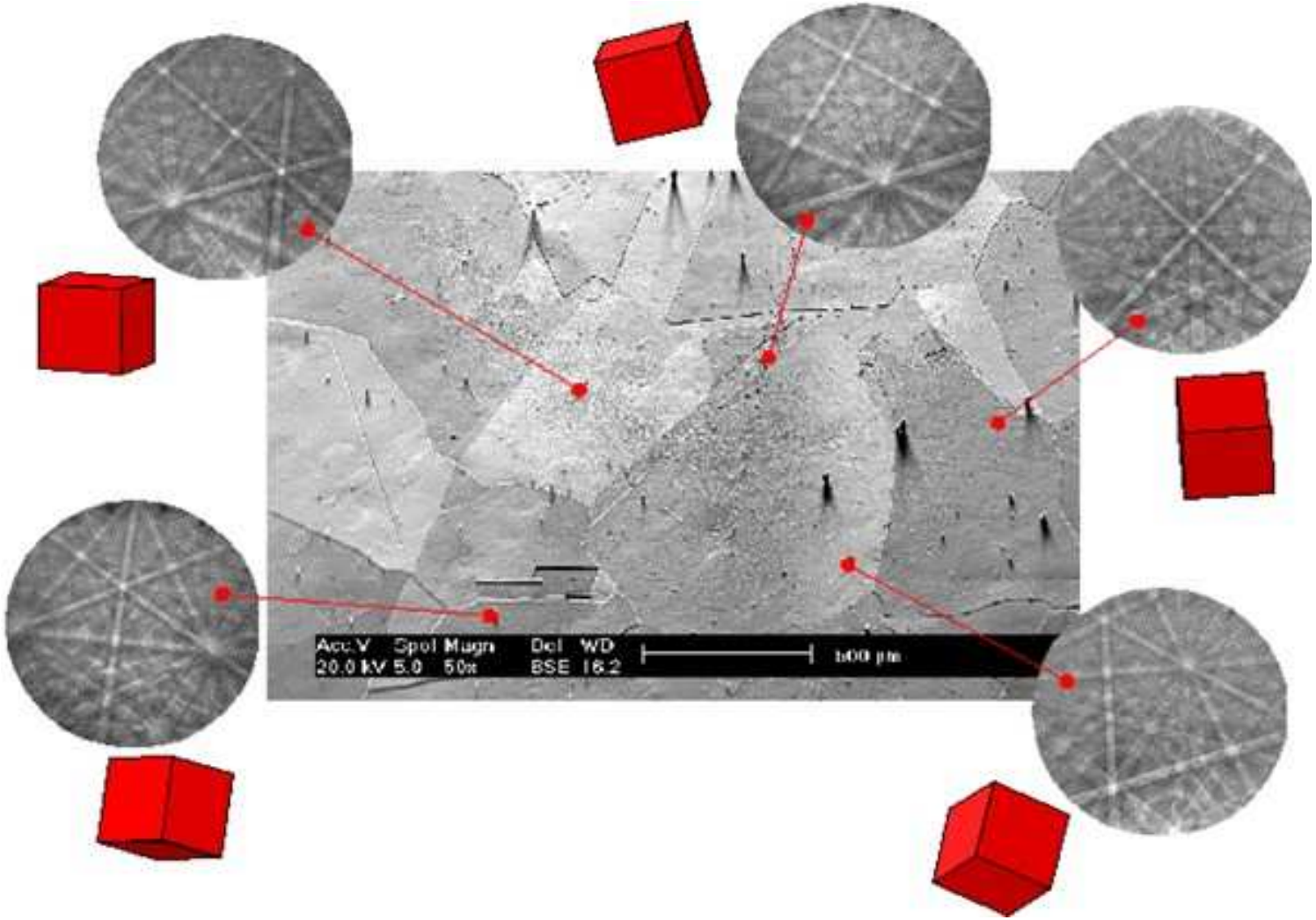


identification automatique





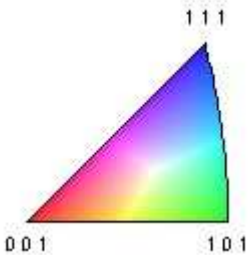
La résolution spatiale de cette technique est excellente, de l'ordre du µm… et même moins !



dans un échantillon polycristallin, chaque grain possède la même structure cristallographique mais pas la même orientation, d'où des diagramme de Kikuchi différents…
ces diagrammes permettront de déterminer à la fois la structure mais aussi l'orientation et informer sur la texture de l'échantillon.

Application : analyse de la texture

échantillon de Ni : visualisation de l'orientation de chaque grain (texture locale)



indice de couleur (selon l'orientation)

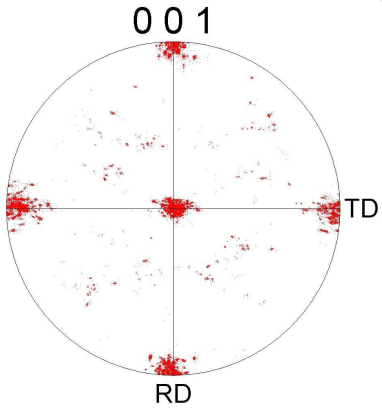
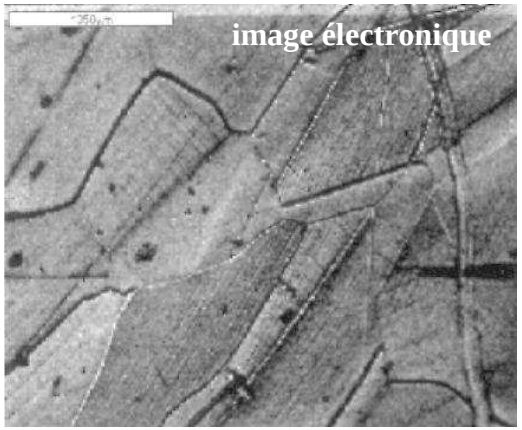
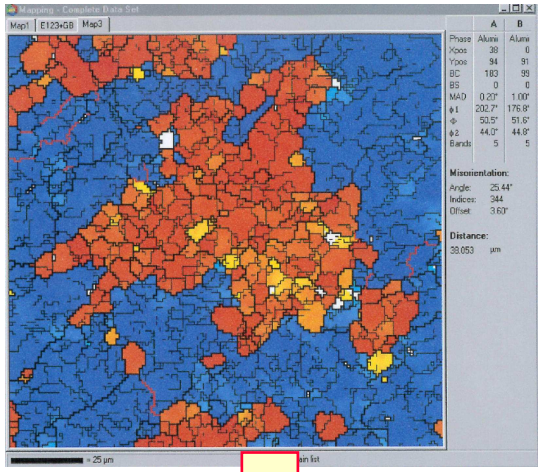
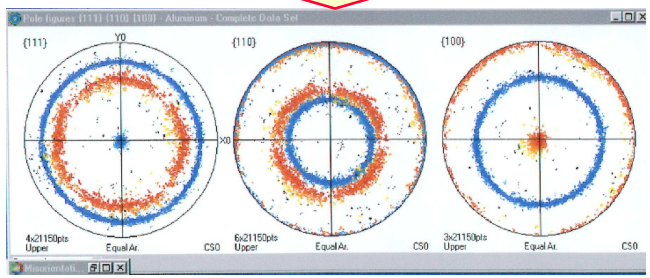


figure de pôle (texture globale)



Texture d'un échantillon de nickel
Orientation cristalline des grains



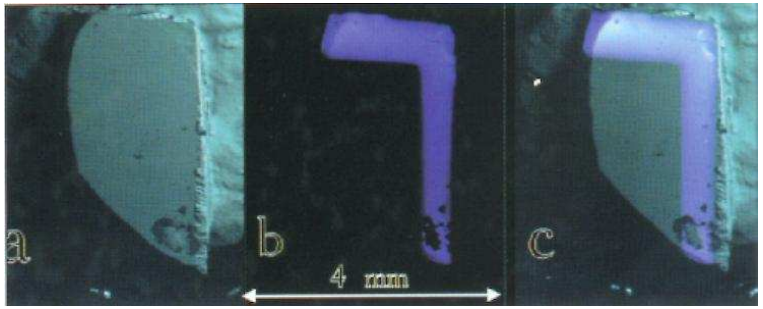


figures de pôles

La cathodoluminescence

pour les oxydes, les semiconducteurs...

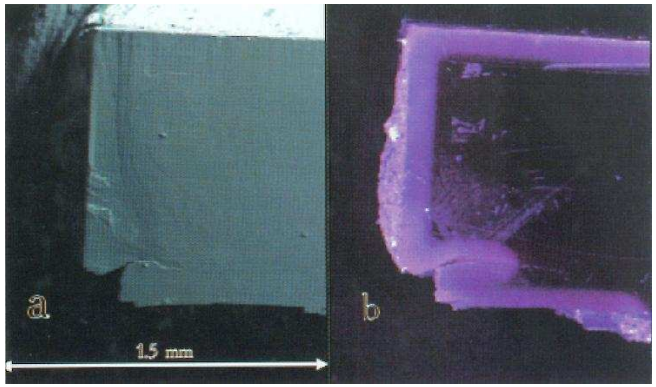
recombinaison radiative de paires trou-électron



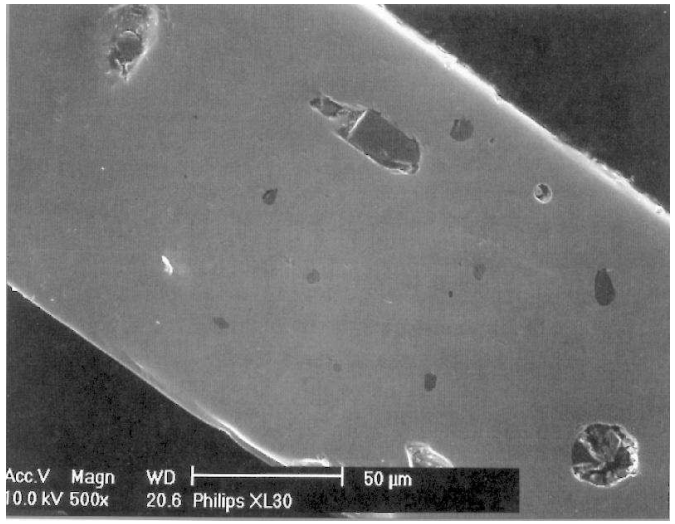
ZnS:Al

BSE ***cathodoluminescence***

MgO



BSE ***cathodoluminescenceZnS:Al***

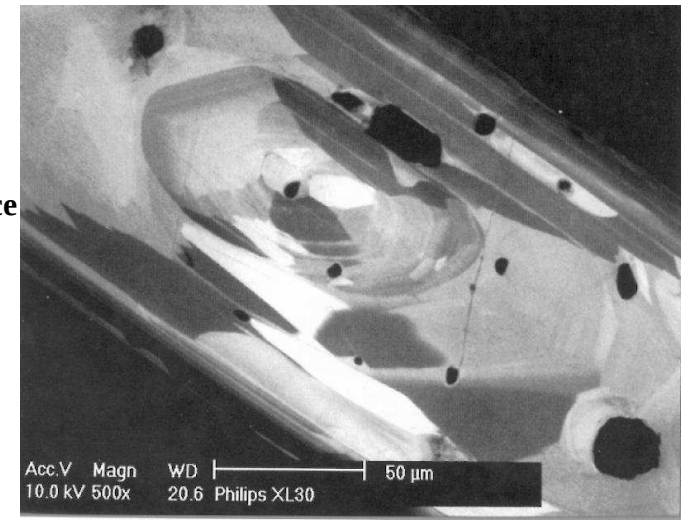


électrons secondaires

grain de zircon avec des inclusions

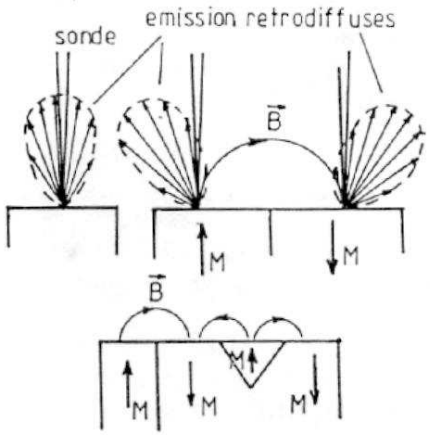
La cathodoluminescence permet de montrer la microstructure de zone de croissance

document Philips

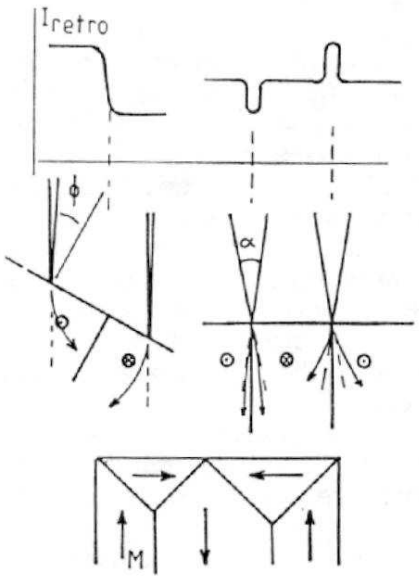


cathodoluminescence

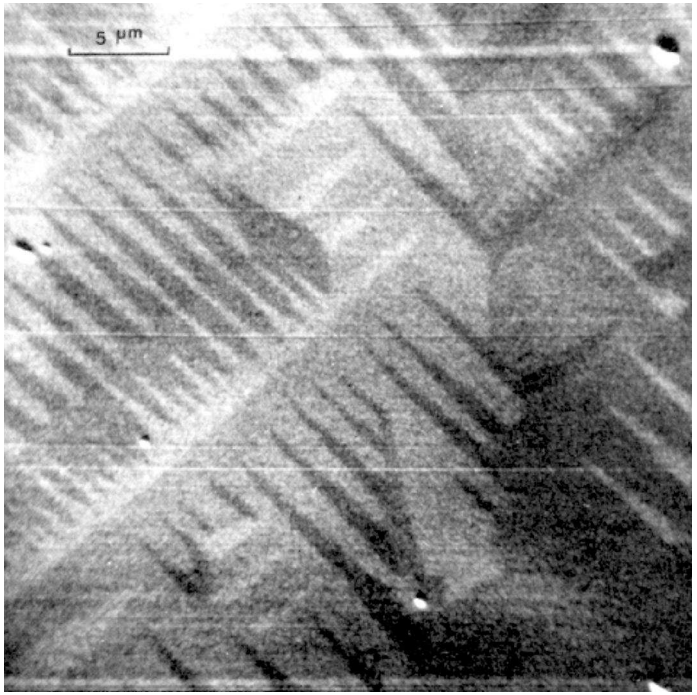
- Contraste magnétique



type I



type II



Contraste magnétique de type II dans du fer pur (45 kV)

Un champ magnétique interne peut modifier l'émission secondaire s'il est perpendiculaire à la surface (type I) ou l'émission rétrodiffusée s'il est parallèle à la surface (type II)

- Autres contrastes :

- **contraste de potentiel**
- **EBIC (Electron Beam Induce Current)**

La qualité des images en MEB

1) L'intensité du faisceau électronique primaire

influence directement le diamètre de la sonde (résolution) et l'intensité électronique secondaire (rapport signal sur bruit, par le biais de la statistique de Poisson de l'émission secondaire)

résolution : $d^2 = \dfrac{4I_0}{B\,\pi^2\,\alpha^2}$ *(+ aberrations…)* ↘ *Avec I_0*

comportement contradictoire !

rapport signal sur bruit : $I_\delta = \delta.\, I_0$ *(émission secondaire)* **Bruit :** $\sqrt{I_\delta}$ **RSB =** $\sqrt{I_\delta}$ ↗ *Avec I_0*

améliorer le rapport signal sur bruit détériore la résolution !

quelle est la marche de manœuvre ?

cela dépendra du grandissement désiré et des performance de son instrument...

<u>la référence finale c'est l 'œil…</u>

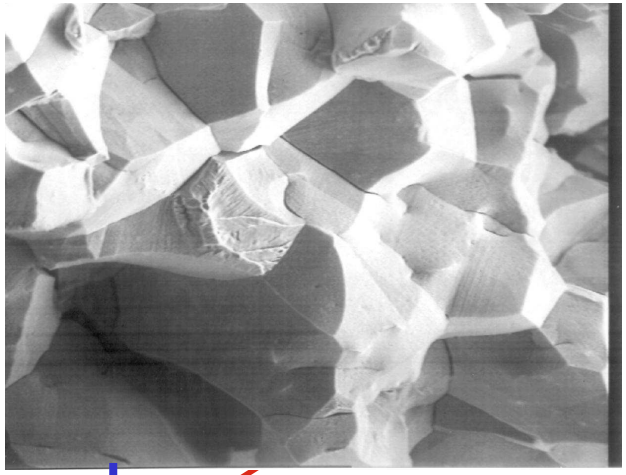
résolution de l'œil : 1 mn d'arc environ, soit sur l'écran d 'observation, environ 0,1 à 0,2 mm

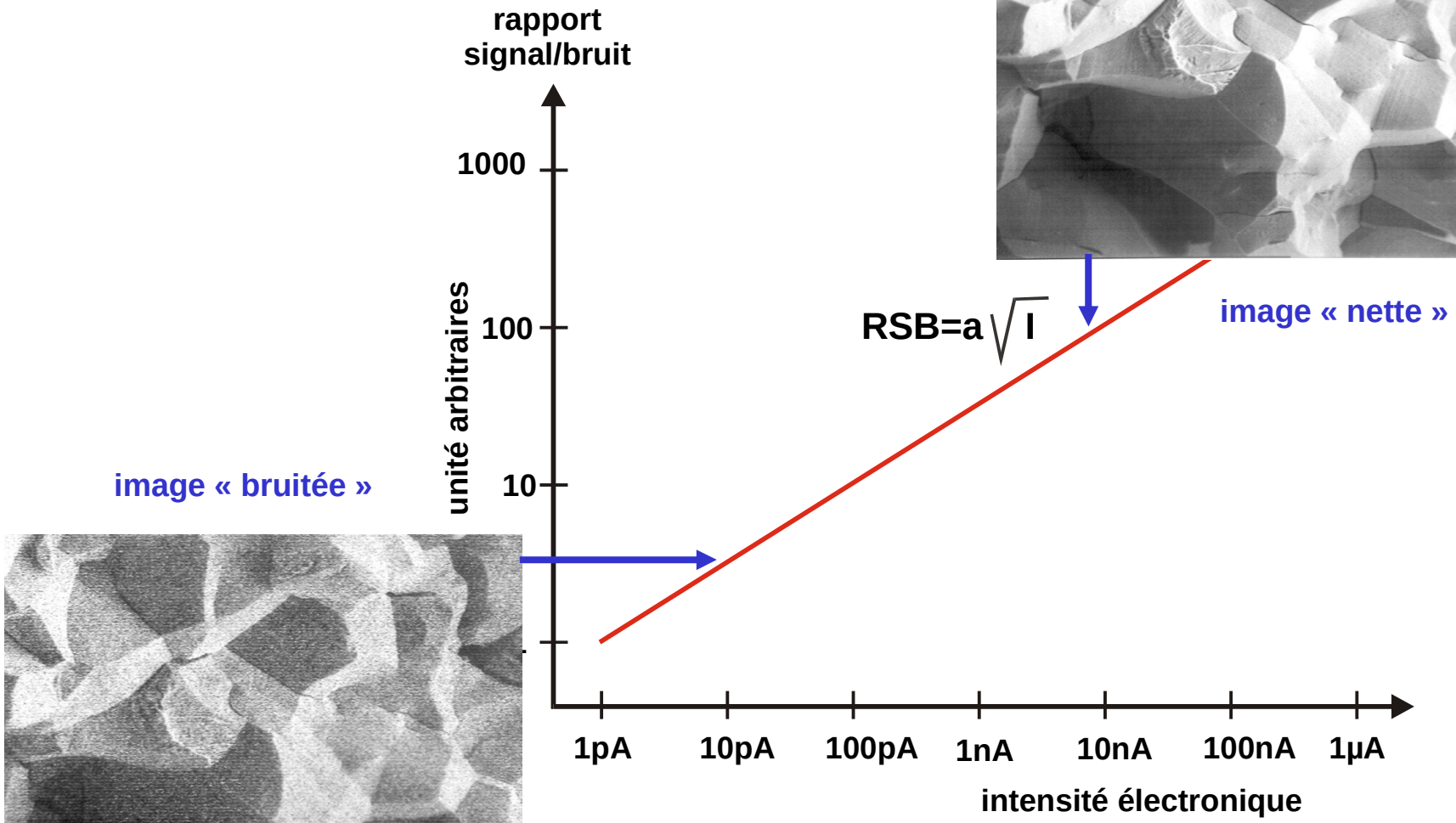
Il est parfaitement inutile d'avoir sur l 'écran ou sur le document final (sauf cas d'agrandissement de ce dernier) une résolution très inférieure ! elle aura été obtenue par une diminution du rapport signal sur bruit et donc de la qualité...

démonstration...

Influence du courant sonde

1) sur le rapport signal-sur-bruit



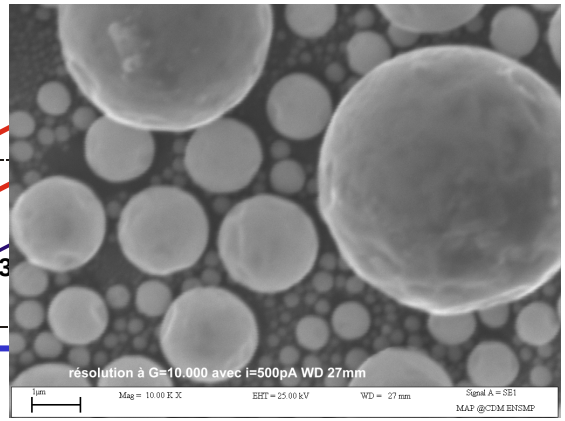


- faible vitesse de balayage
- accumulation (image numérique)

Influence du courant sonde

2) sur la résolution

x10.000, I=500pA : image floue



$$d^2 = \frac{4I}{\pi^2 \alpha^2 B} \left(+d^2_{aberrations}\right)$$

diamètre du faisceau

1µm

100nm

10nm

W 10kV

LaB6 3

W 30kV

FEG 20 kV

x10.000

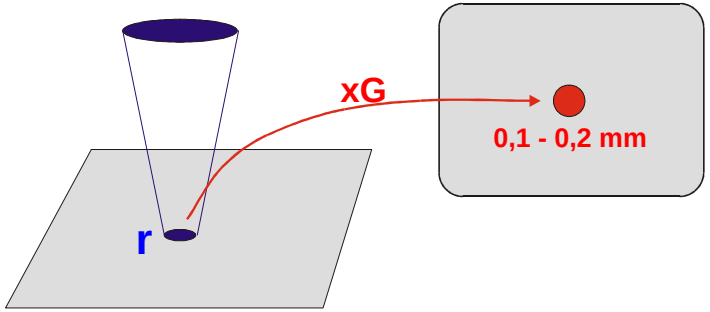
x100.000

10pA 100pA 1nA 10nA 100nA 1µA

intensité électronique

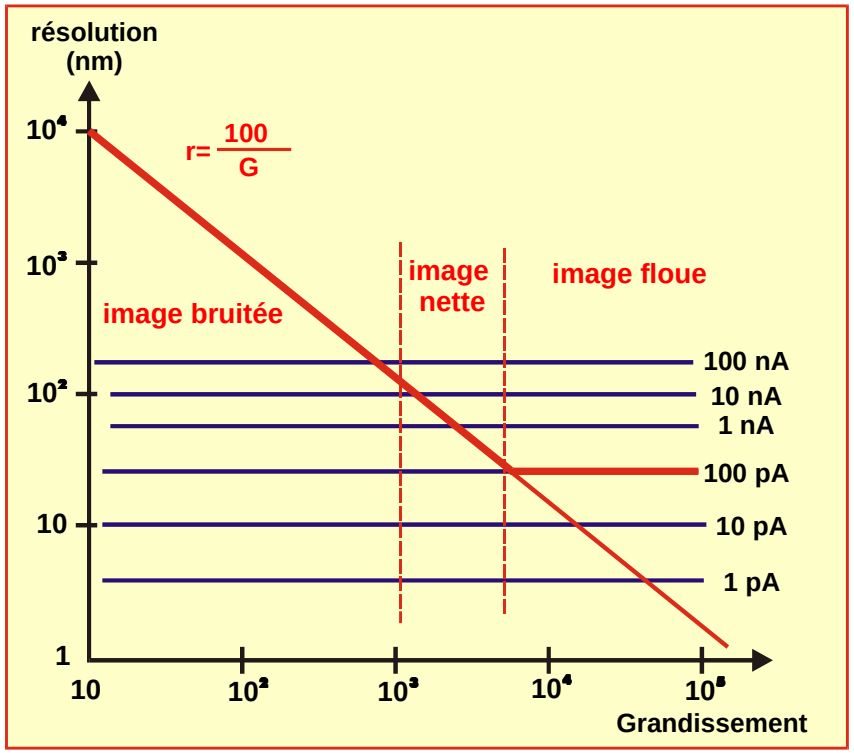
x10.000, I=100pA : image nette

chercher toujours le compromis entre une image nette (faible courant) et bon rapport signal-sur-bruit (fort courant)



Sur l'écran, la dimension d'un détail est égal à sa dimension sur l'objet, multiplié par le grandissement.

G	r
10	10 µm
100	1 µm
1.000	0,1 µm
10.000	0,01 µm
100.000	1 nm



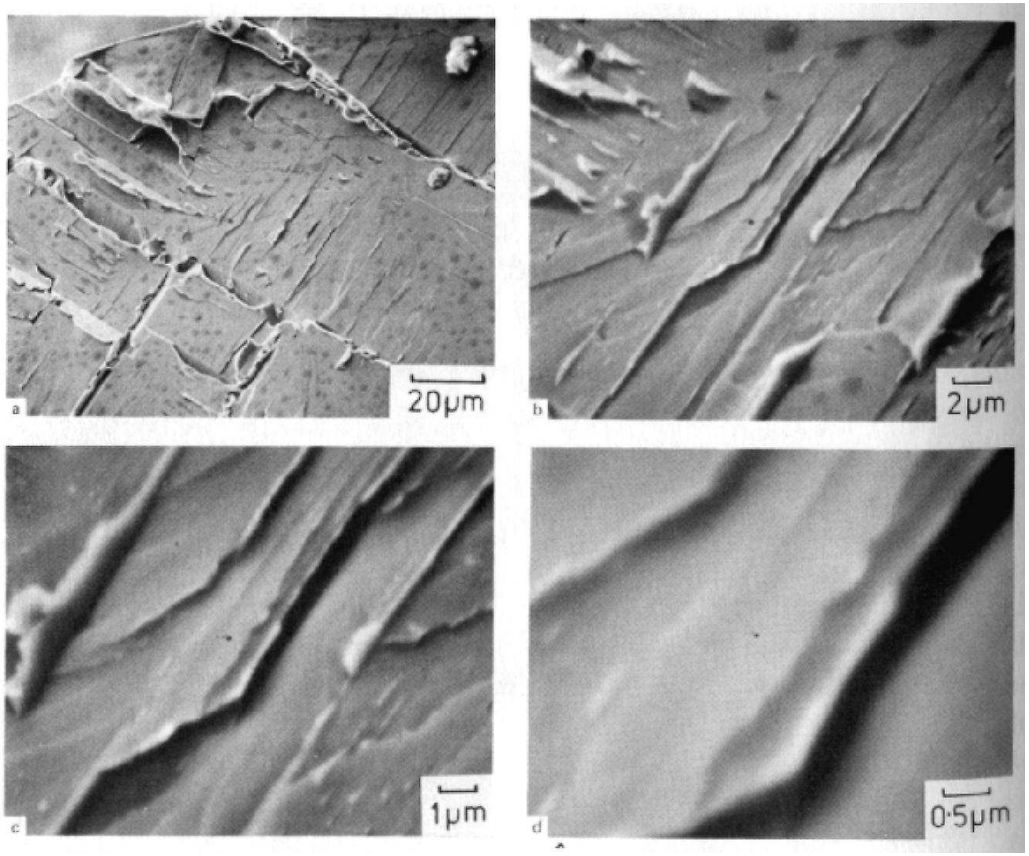
zone de grandissement optimale pour un courant de 100 pA

En considérant une résolution de l'œil de 0,1 mm, le tableau donne la résolution minimale sur l 'objet pour éviter une vision floue.

Le graphique donne pour un courant donné le grandissement maximum et pour un grandissement donné la gamme optimale de courant faisceau :
Pour un courant sonde de 100 pA, le grandissement optimal est compris entre 5.000 et 7.000
- G < 5.000, l'image est bruitée, le courant peut être augmenté sans problème
- G > 7.000, l'image est floue, le courant devra être diminué...

Au delà d'un certain grandissement (qui dépend des performances de son instrument) il est inutile d'augmenter le grandissement :
- on limite la zone observée (donc on perd de l'information)
- on ne fait qu'agrandir du flou (pas de gain d'information!)

<u>faible grandissement</u> :
- zone observée large
- peu de détails fins



<u>grandissement moyen</u>:
- zone observée moins large
- plus de détails fins
On a obtenu de nouvelles informations...

<u>fort grandissement</u> :
- zone observée étroite
- détails fins

<u>trop fort grandissement</u> :
- zone observée très étroite
- flou

2) Le temps d'acquisition par pixel

intervient directement sur le rapport signal sur bruit

$$\text{bruit} : \sqrt{N} = \sqrt{t\, I_\delta}$$

(statistique de Poisson)

mode analogique : diminuer la vitesse de balayage

- **observation : vitesse rapide (TV)** ***image bruitée, peu visible***
- **enregistrement : vitesse lente**
  - ***risque de charge***
  - ***risque de détérioration des échantillons fragiles***

mode numérique : accumulation d'images en balayage rapide

- **observation facilité (balayage rapide TV)**
- **très bon RSB (ajustable par le nombre d'accumulations)**
- **risque de dérive**
- **délais après déplacements de l 'échantillon**

image en balayage rapide :
image bruitée

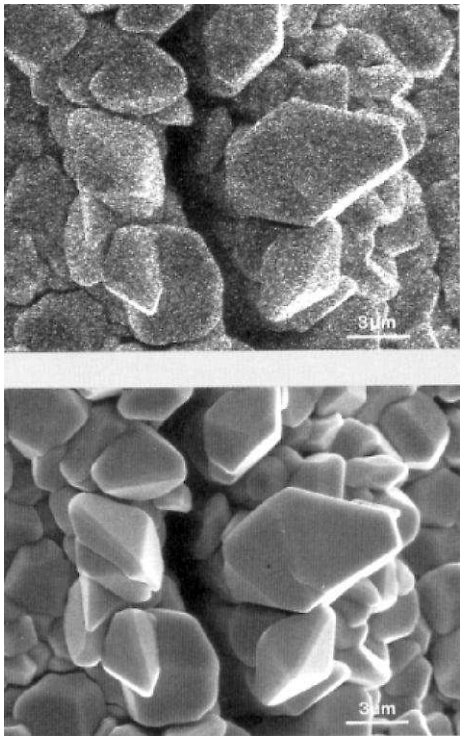


image par accumulation :
bon rapport signal sur bruit

Rupture fragile d'un acier

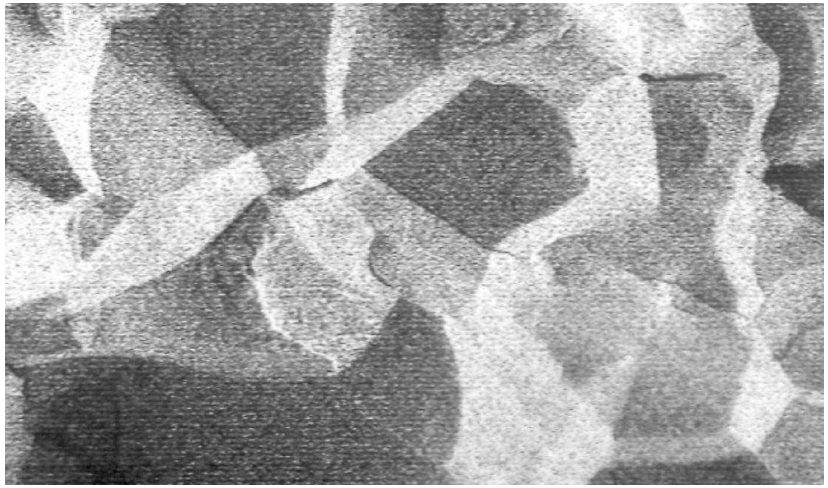
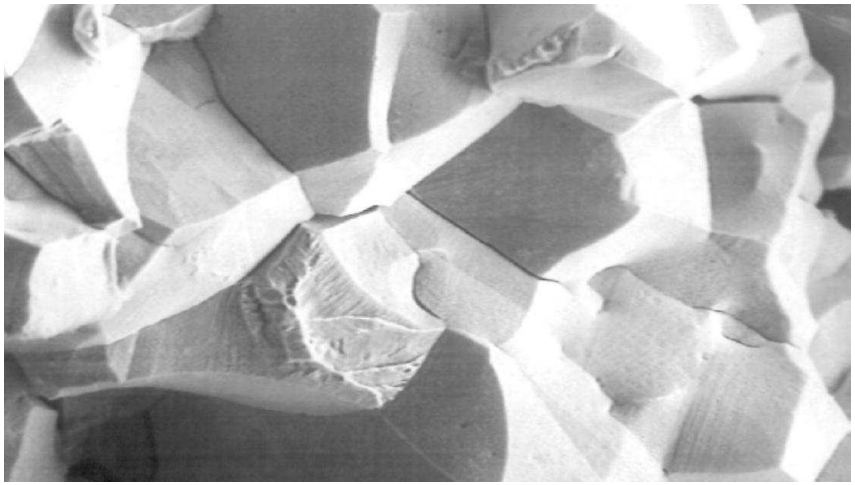
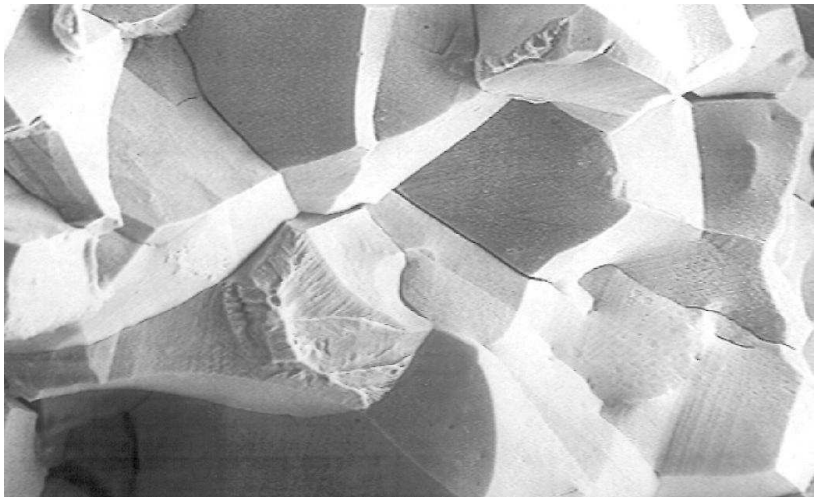


Image en balayage rapide sans accumulation



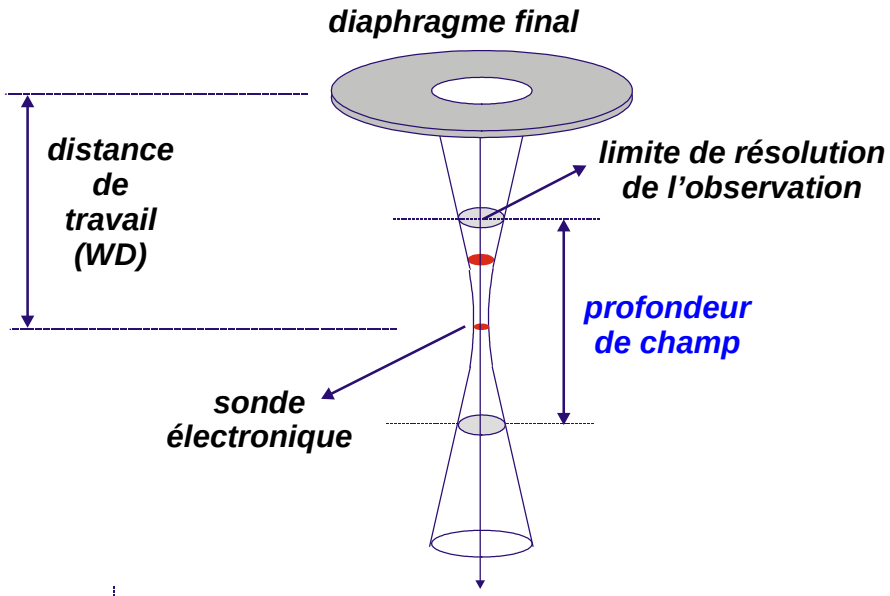
accumulation de 16 images en balayage rapide
(RSB amélioré par 4)

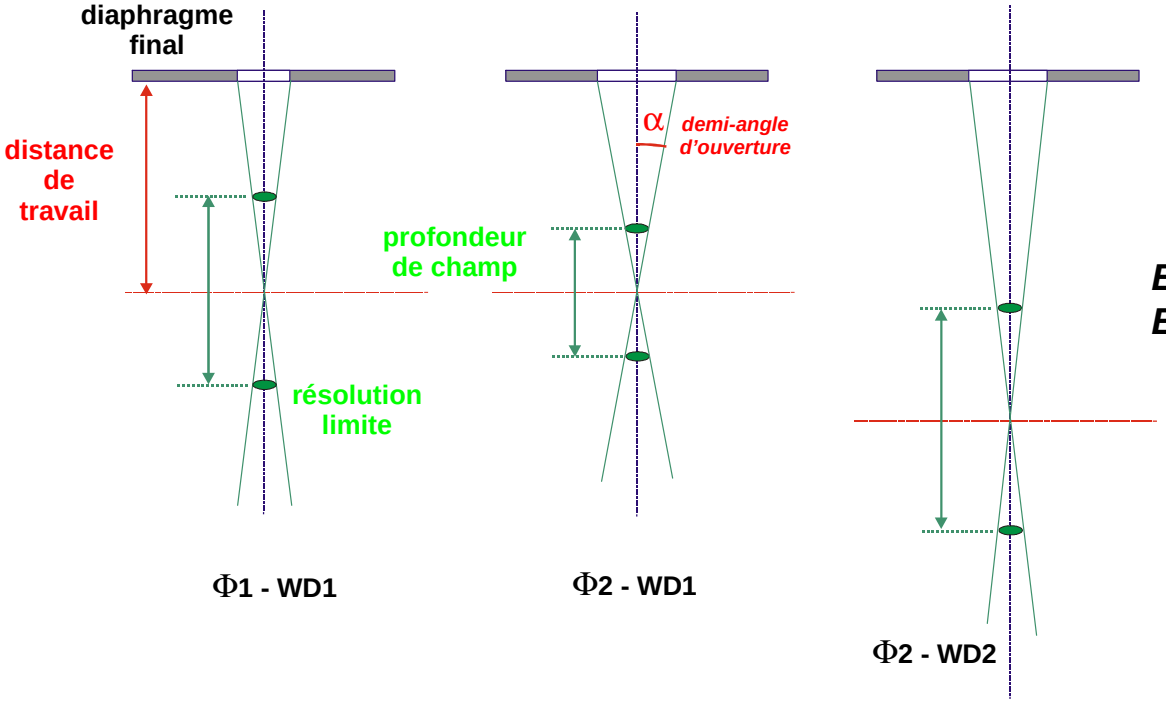


Après application d'un filtre numérique d'amélioration de la résolution

La profondeur de champ

Déterminent la profondeur de champ, c'est à dire le débattement en z possible sans perte de résolution (cela correspond à la distance où l l 'accroissement du diamètre du faisceau de part et d'autre de la focalisation reste inférieure à la résolution recherchée).
Elle dépend à la fois du diamètre du diaphragme final et de la distance de travail.

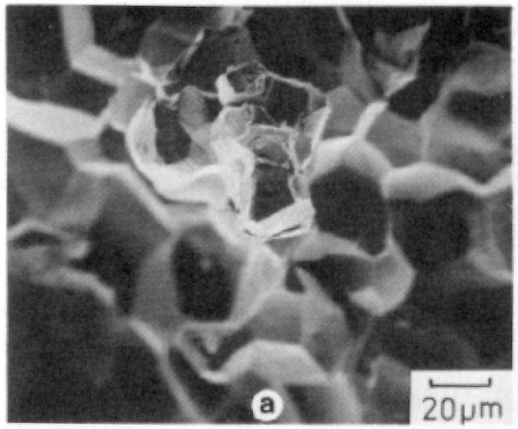


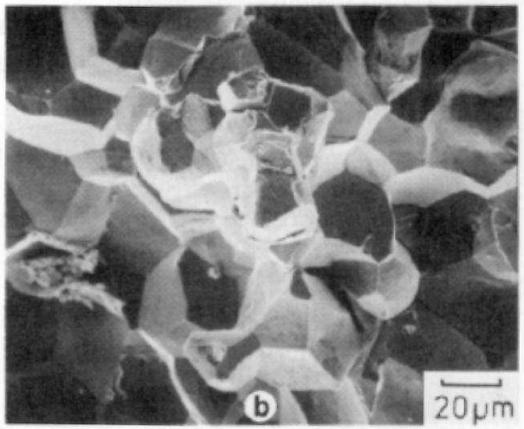


Elle décroît lorsque le diamètre croît
Elle croît avec la distance de travail

Φ 600 µm
WD 15 mm

très faible profondeur de champ



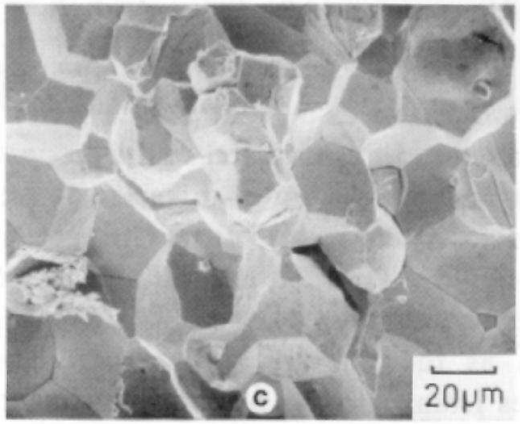


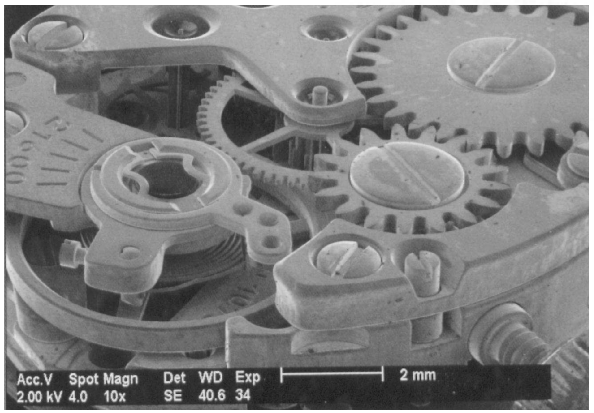
Φ 100 µm
WD 15 mm

profondeur de champ moyenne

Φ 100 µm
WD 45 mm

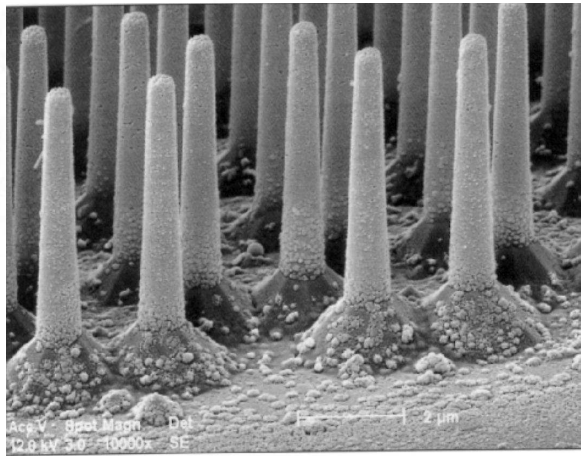
excellente profondeur de champ





documents Philips

documents Philips



rétrogravures capacitives d'une puce à mémoire

Le MEB : Développements récents et perspectives d'avenir

MEB

Le MEB haute-résolution

canon à émission
de champ

optique électronique
adaptée aux basses tensions

résolution 1 nm

LEO Gemini SUPRA
FEI SIRION
JEOL JSM6330F et 6340F
HITACHI S4700I et S4700II

Numérisation

numérisation des images
analyse d'image
traitement d'images
stockage .....

Tous les nouveaux MEB...

MEB "Low-vacuum" (pression partielle) ou Environnemental

vide partiel dans la chambre-objet

low-vacuum : 1 à 2 Torr
environnemental : 50 Torr

observation d'échantillons :
- hydratés
- fragiles
- isolants

possibilités d'expériences in-situ

biologie, agro-alimentaire...

Expériences in-situ

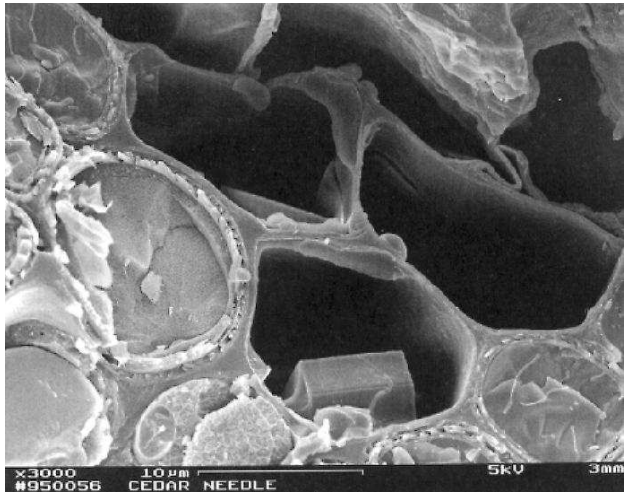
- traction
- torsion
- fusion
- solidification
- corrosion ...

I - Les microscopes à pression contrôlée

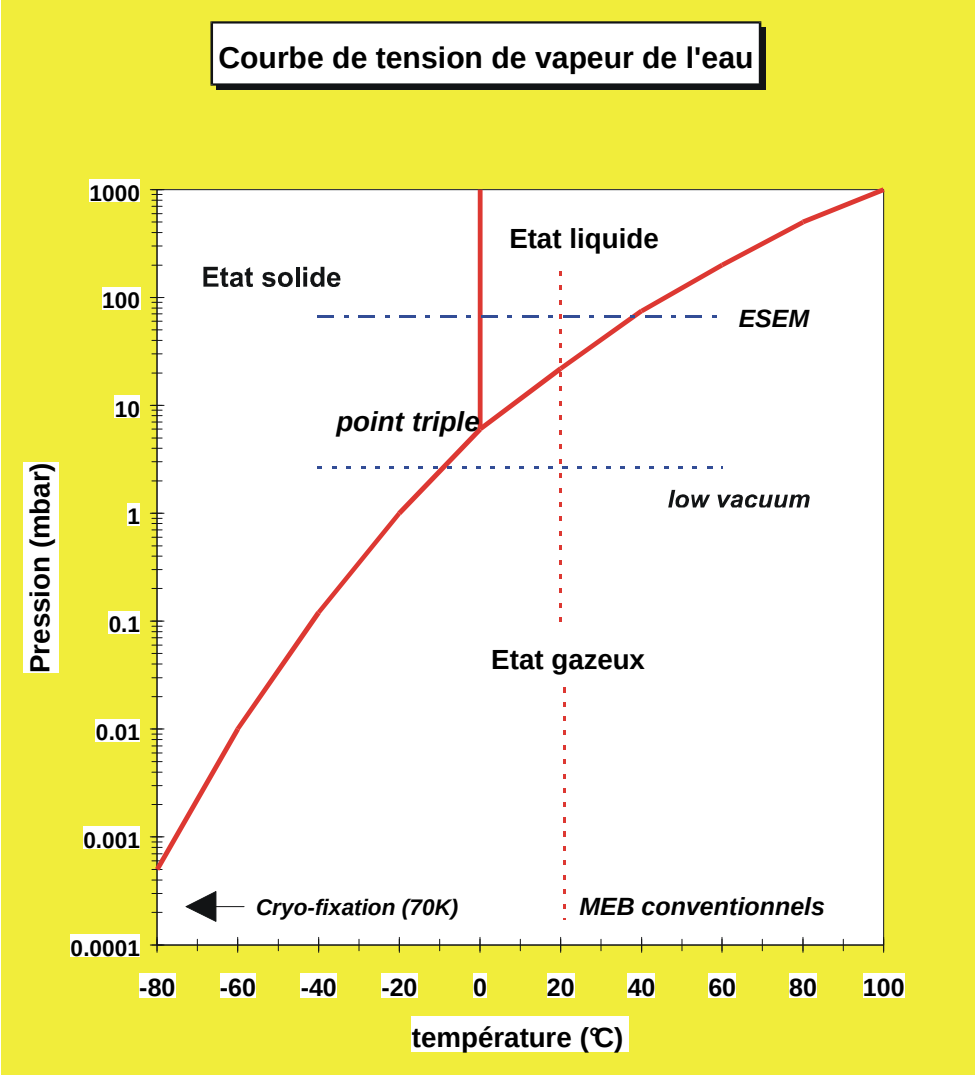
« Low-vacuum » et environnemental (ESEM)

Comment observer un échantillon hydraté ?

- soit garder la pression normale du MEB (10^{-5} T) et abaisser la température (cryo-fixation)
- soit augmenter la pression dans la chambre objet pour que l 'eau soit stable à l état liquide



Cellules d'épines de cèdre observées par cryo-fracture (document LEO)

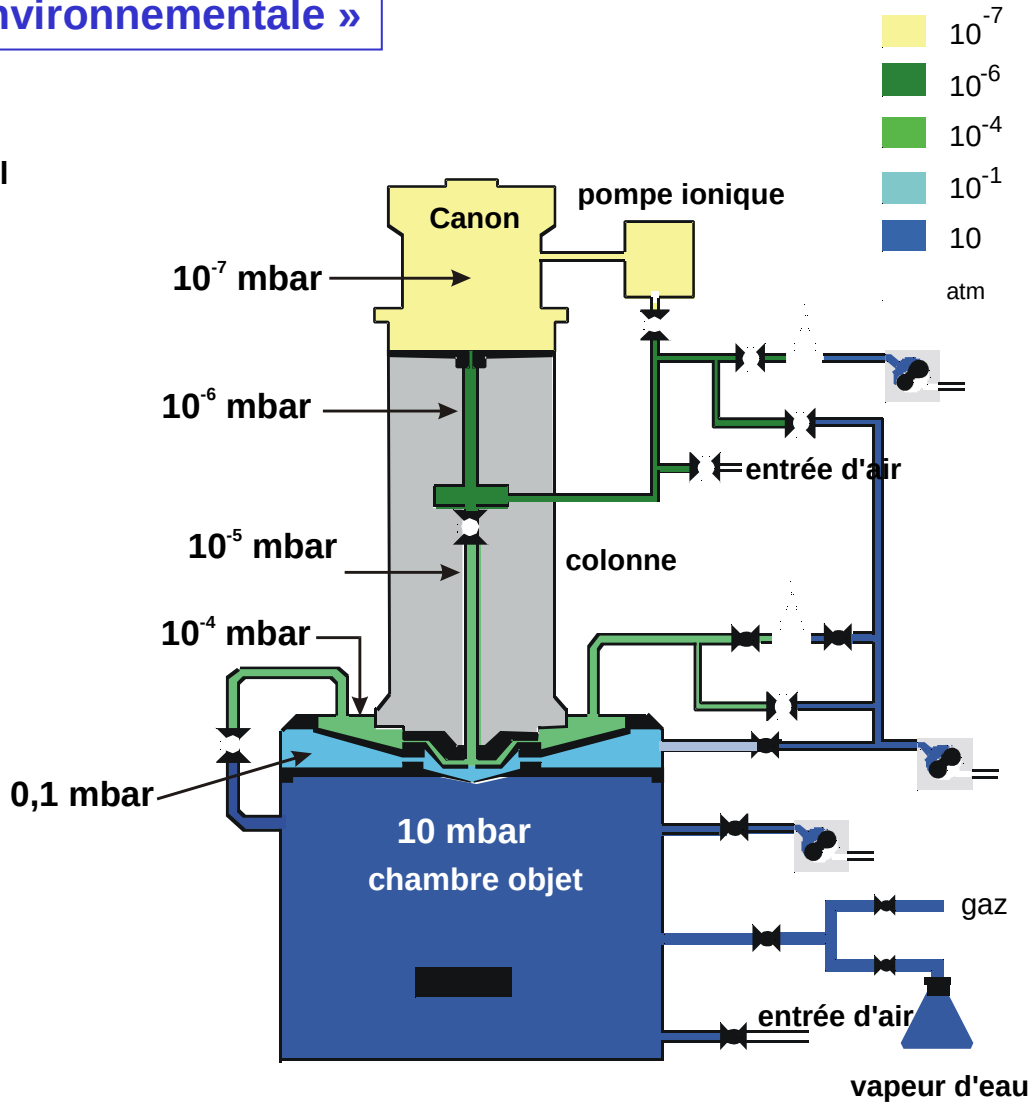


Le microscope « à chambre environnementale »

En utilisant le principe du vide différentiel (entre des enceintes séparées par des diaphragmes de très faible ouverture), on peut obtenir dans la chambre objet un vide peu élevé (jusqu'à 50Torr) tout en maintenant dans le canon un vide poussé.

1 Pa = 10^{-5} bar=10^{-2} mbar
1 atm = 10^{5} Pa =1 bar(*) =760 Torr
1 mbar = 0,75 Torr
1 Torr = 1 mmHg

(*) 1 atm = 1023 mbar = 1023 hPa

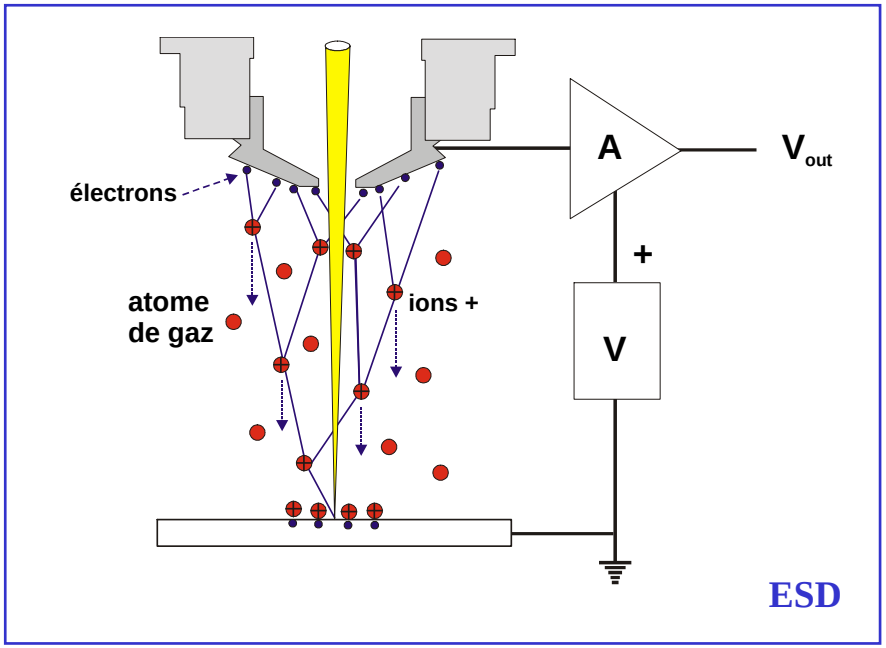


Electroscan

Compte tenu de la pression, on ne peut plus utiliser des détecteurs classiques.

On utilise un détecteur spécial, mis au point par Danilatos :

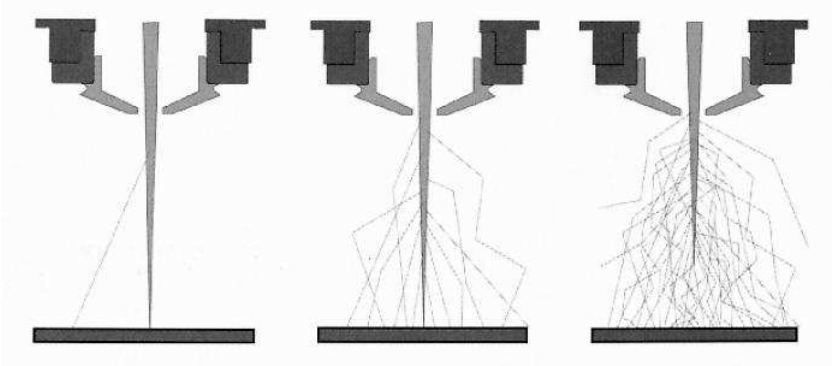
le ESD
(Environnemental Secondary Detector)



Ce détecteur est constitué par une électrode conique polarisée positivement par rapport à l'échantillon (quelques centaines de volts).

Sous l'effet de ce potentiel, les électrons secondaires sont accélérés et ionisent les atomes de gaz Ceci a pour effet d'augmenter le nombre d'électrons secondaires (électrons secondaires environnementaux) et d'engendrer une cascade d'ionisation (amplification gazeuse).
Les ions positifs sont attirés par l'échantillon et viennent neutraliser les charges négatives.

Un autre avantage de ce détecteur est que, n'utilisant pas de photo-scintillateur, il est insensible au rayonnement visible, émis par exemple par un échantillon chauffé à l'incandescence.

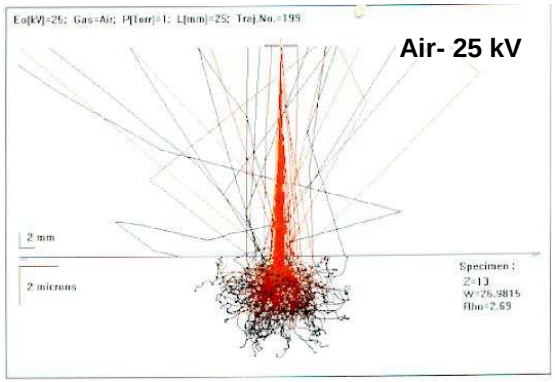


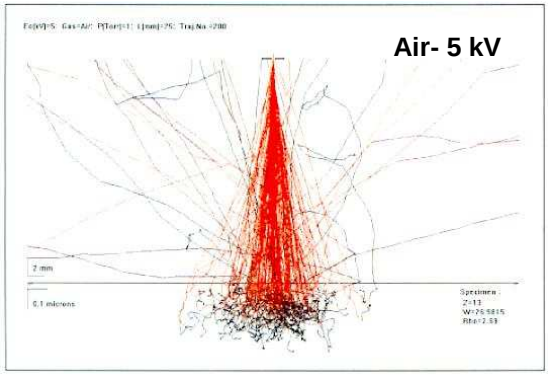
Faible diffusion (< 5%) | Diffusion partielle (de 5 à 95%) | Diffusion totale (> 95%)

Selon la pression du gaz, le nombre de diffusions peut varier considérablement.

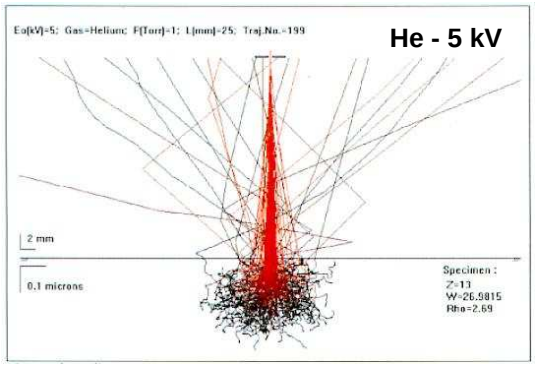
Cette diffusion entraîne un élargissement du faisceau incident (« skirting ») qui introduit une perte de résolution si elle est trop importante.

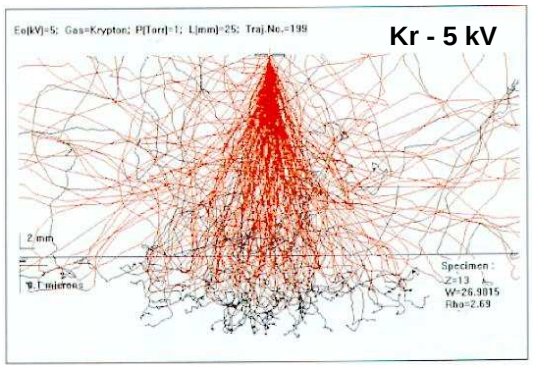
Le régime de diffusion totale (>95%) n 'est pas utilisé en imagerie.





Simulations de Monte Carlo des effets de la tension d'accélération et de la nature du gaz sur le « skirting »
(C. Mathieu, Université d'Artois)



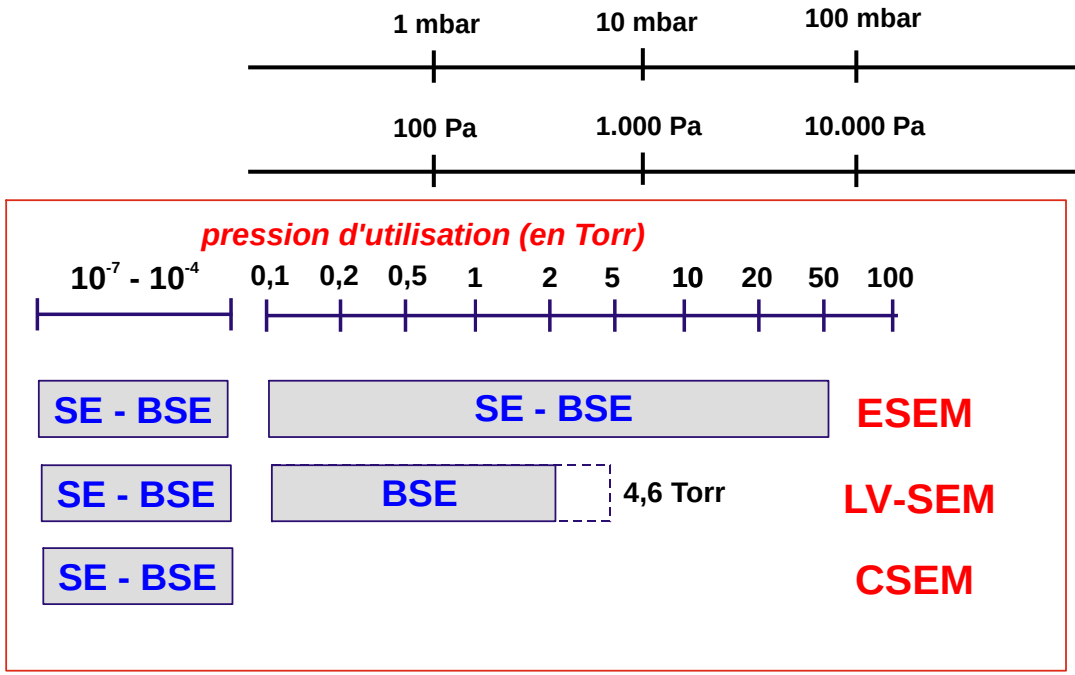


Pression contrôlée (« low vacuum ») ou environnemental ?

Le détecteur ESD ou GESD faisant l'objet d'un brevet exclusif (Electroscan), seul Philips peut commercialiser un véritable environnemental pouvant travailler à des pressions élevées (50Torr avec un filament de W, moins de 10 Torr avec une pointe FEG).

Les autres constructeurs doivent se contenter de pressions moins élevées (< 5 Torr) et uniquement des électrons rétrodiffusés (les secondaires ne pouvant être détectés).

Cependant, Hitachi et Leo proposent désormais des détecteurs à amplification gazeuse permettant une utilisation en mode environnemental.



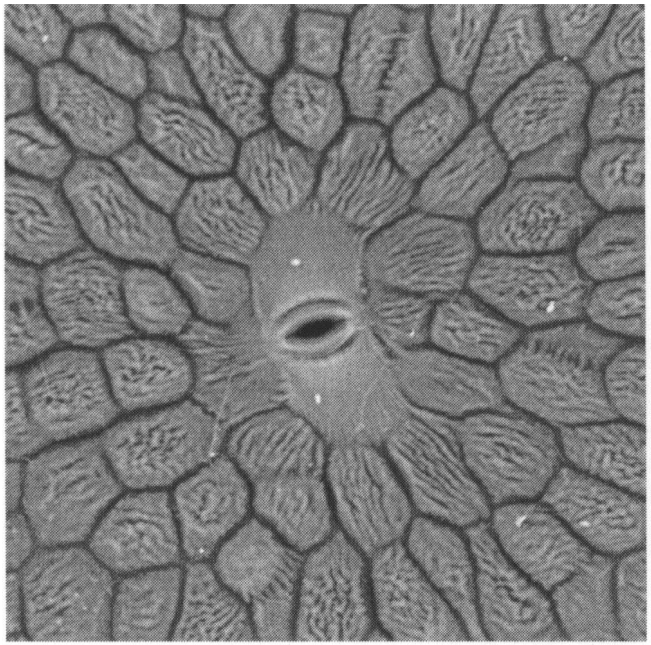
1 Torr = 1,3 mbar = 130 Pa

LV-SEM (CP-SEM) : low-vacuum ou à pression contrôlée

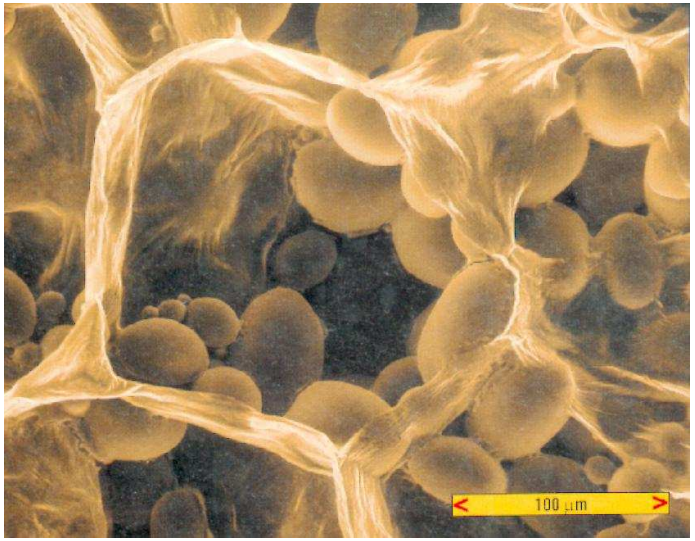
CSEM (SEM, MEB) : microscope conventionnel

Images obtenues en mode « environnemental »

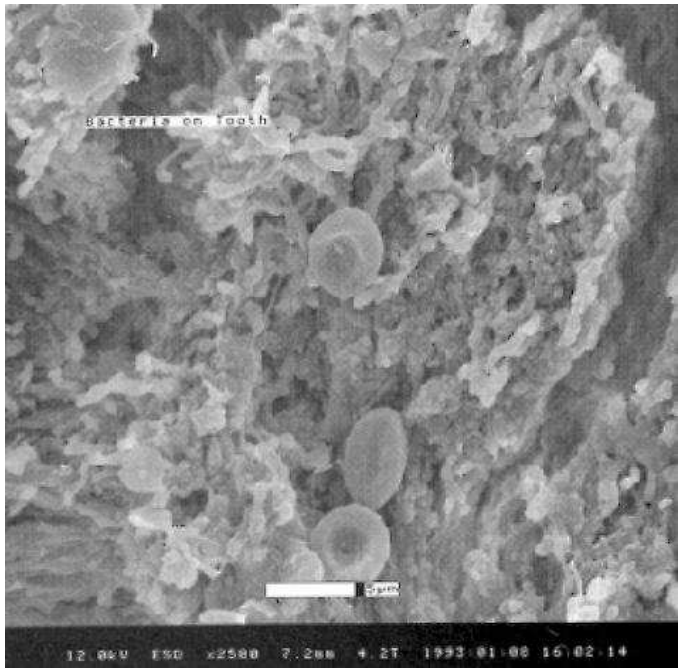
1) Echantillons hydratés



Peau de banane

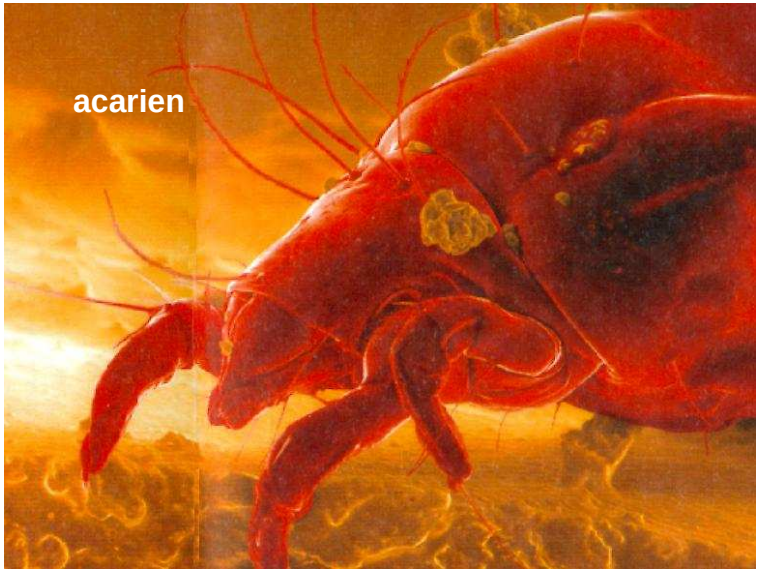


Grains d'amidon de pomme de terre

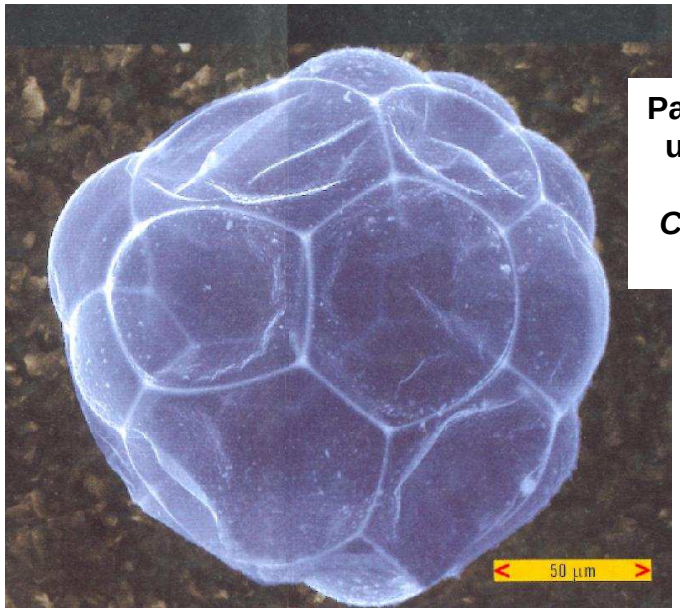


Bactéries et globules rouges

2) Organismes vivants



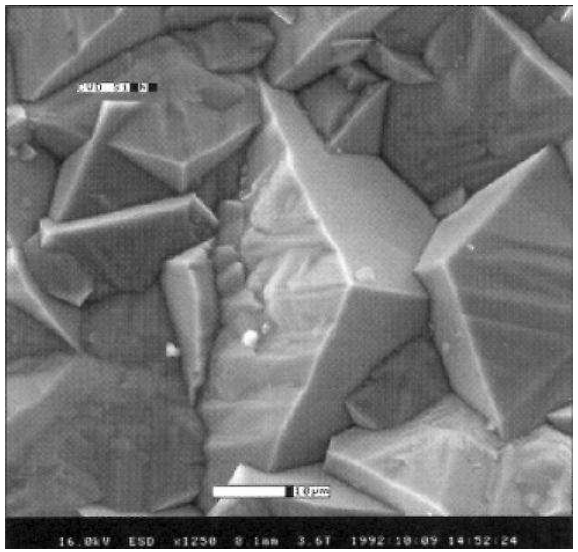
3) Objet sous pression

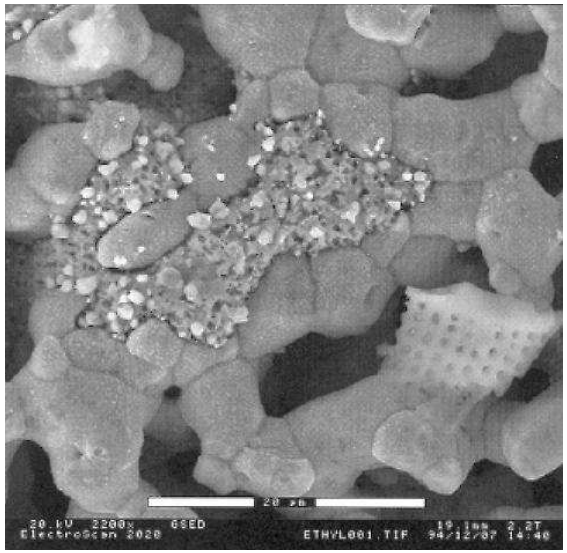


Particule émise par un moteur diesel. (x527)
Cette particule est remplie de gaz.

4) Echantillons isolants

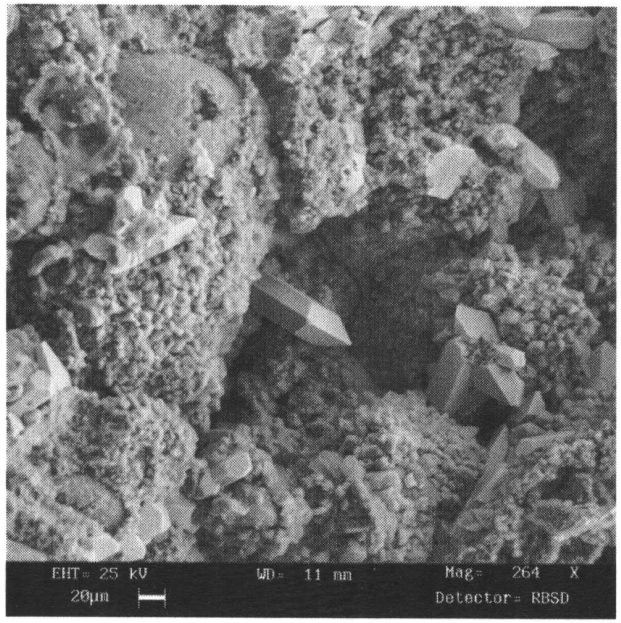
Nitrure de silicium (x1250)





Céramique (x2200)

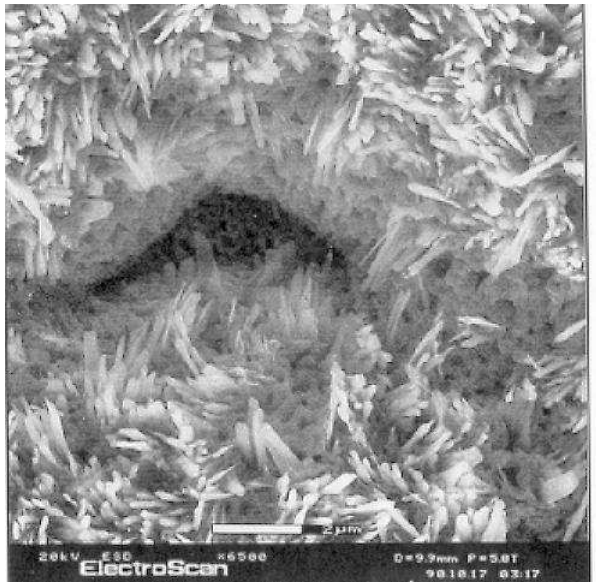
4) Echantillons isolants (suite)



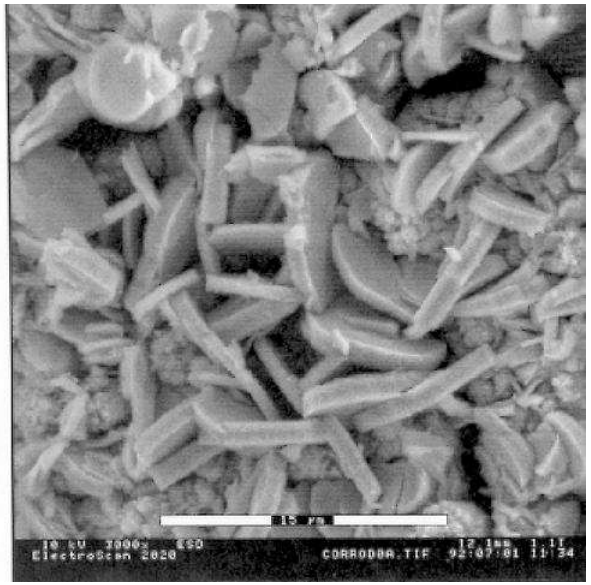
Béton

5) Expériences « in-situ »

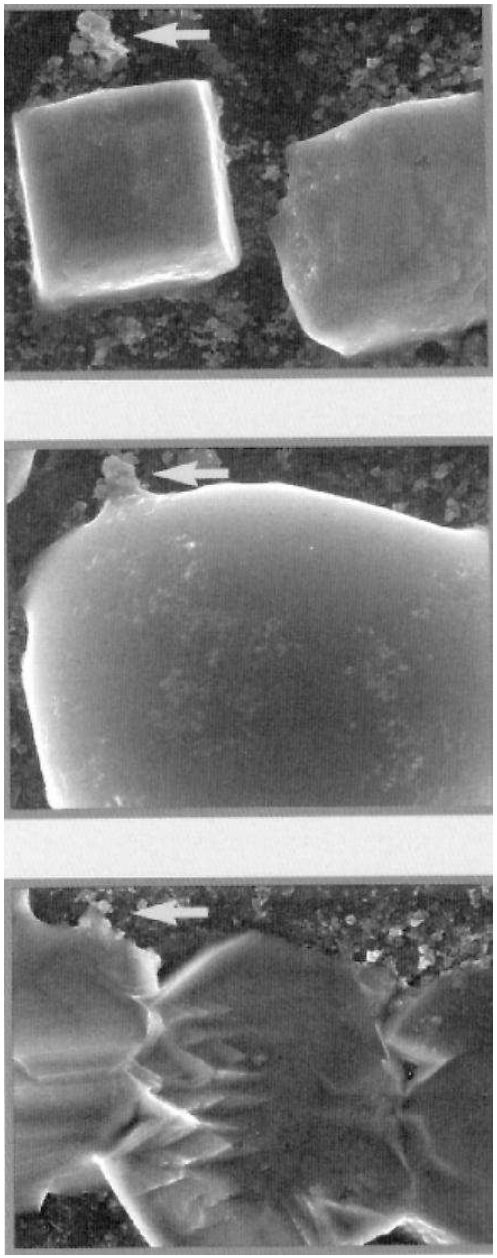
La température de l'échantillon peut varier entre -50 et +1500℃
Cela permet de faire des essais de fusion, solidification, recristallisation…
Couplé avec une atmosphère contrôlée, on peut réaliser des expériences de corrosion, oxydation etc...



Croissance d'oxyde autour d'une inclusion de sulfure dans un acier (860℃ sous atmosphère d'O2 pur (X6500)



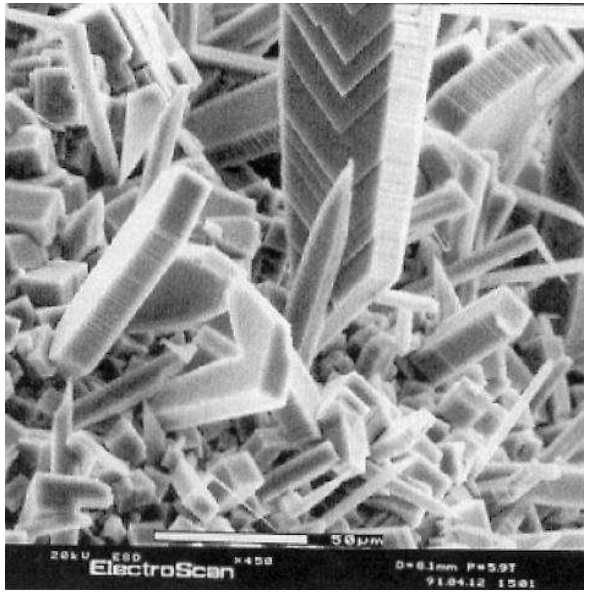
Croissance de sulfate de fer en surface d'un acier inoxydable (x3000)



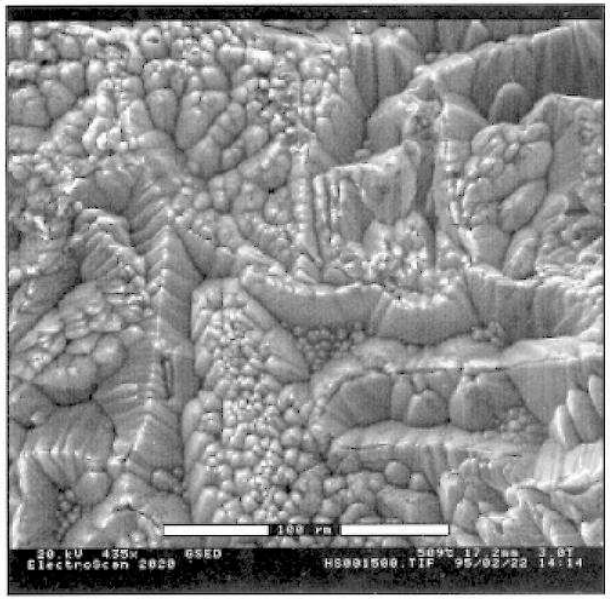
Hydratation et déshydratation de cristaux de sel

hydratation

déshydratation



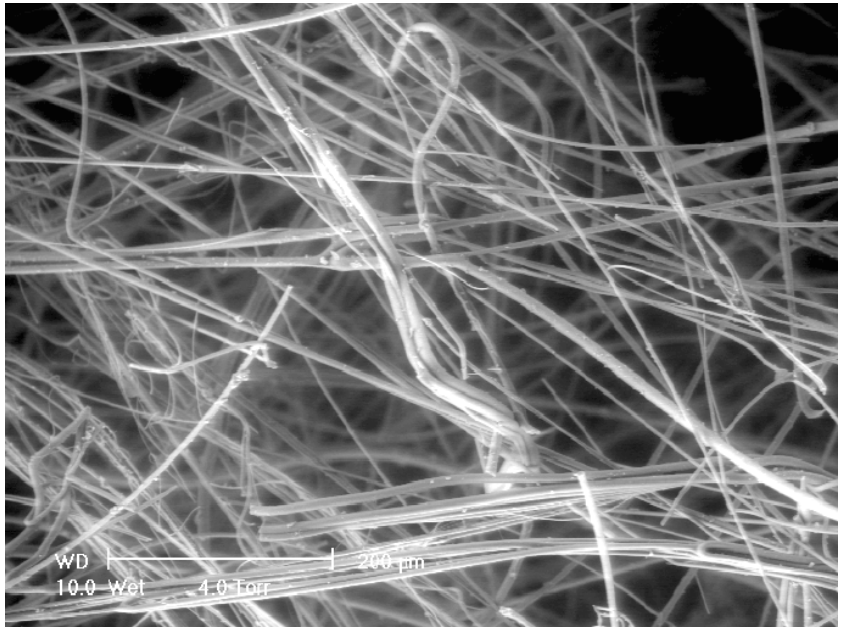
Croissance de cristaux de KCl à partir de la vapeur (600℃)



Surface de silicium après fusion et solidification

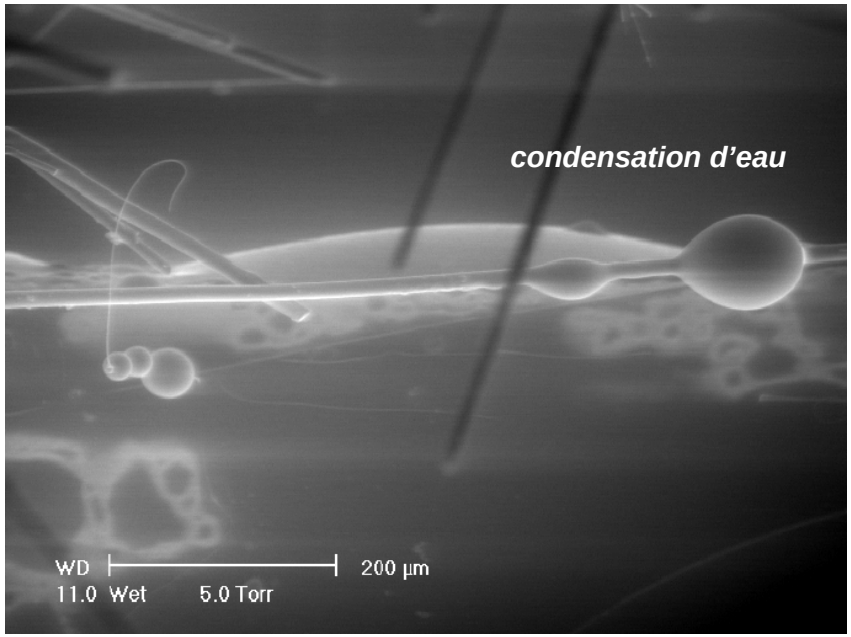
Fibre de laine de verre
Essai d'hygrométrie

Philips XL30 ESEM-FEG

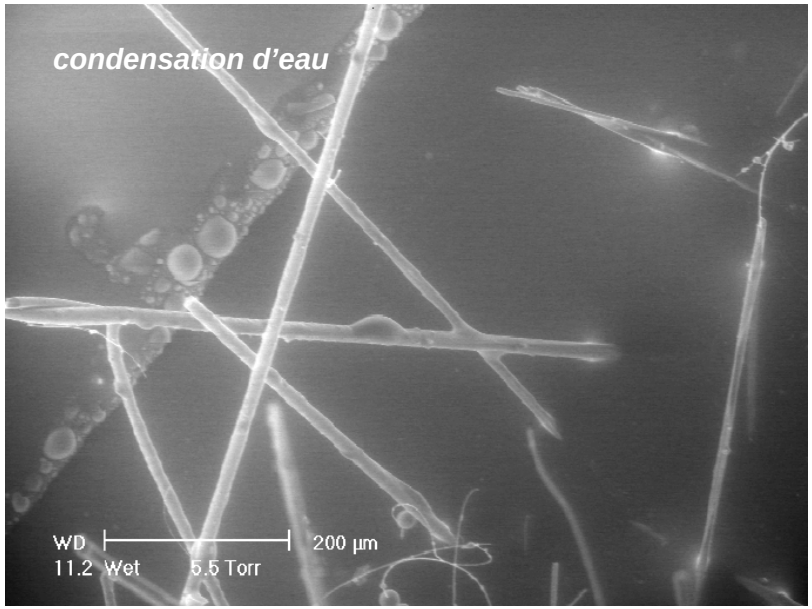


4 Torr (520 Pa)

10 kV



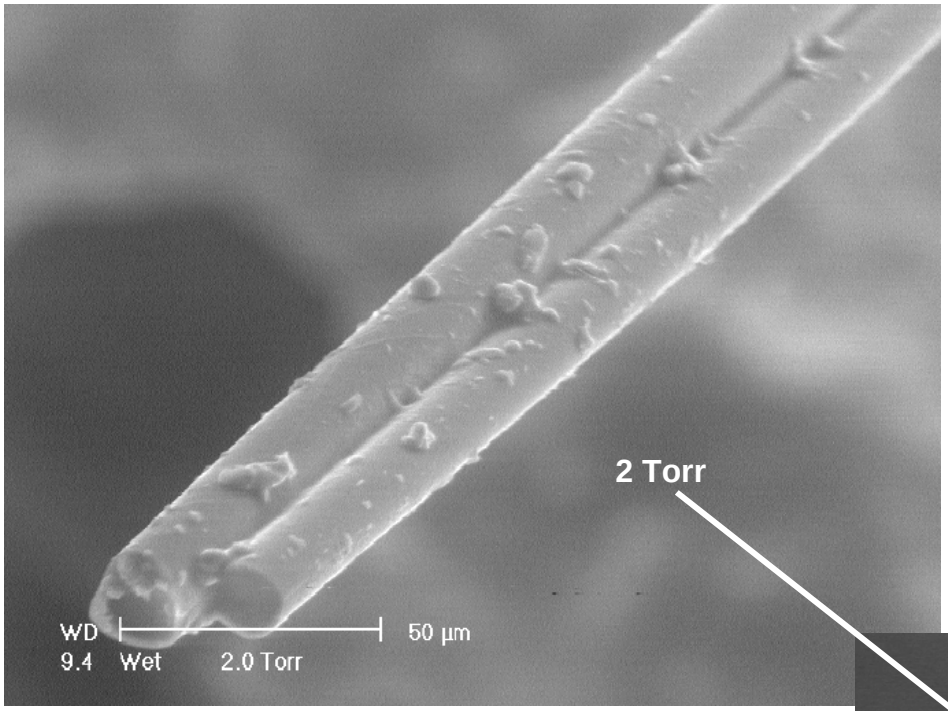
5 Torr (650 Pa)



5,5 Torr (715 Pa)

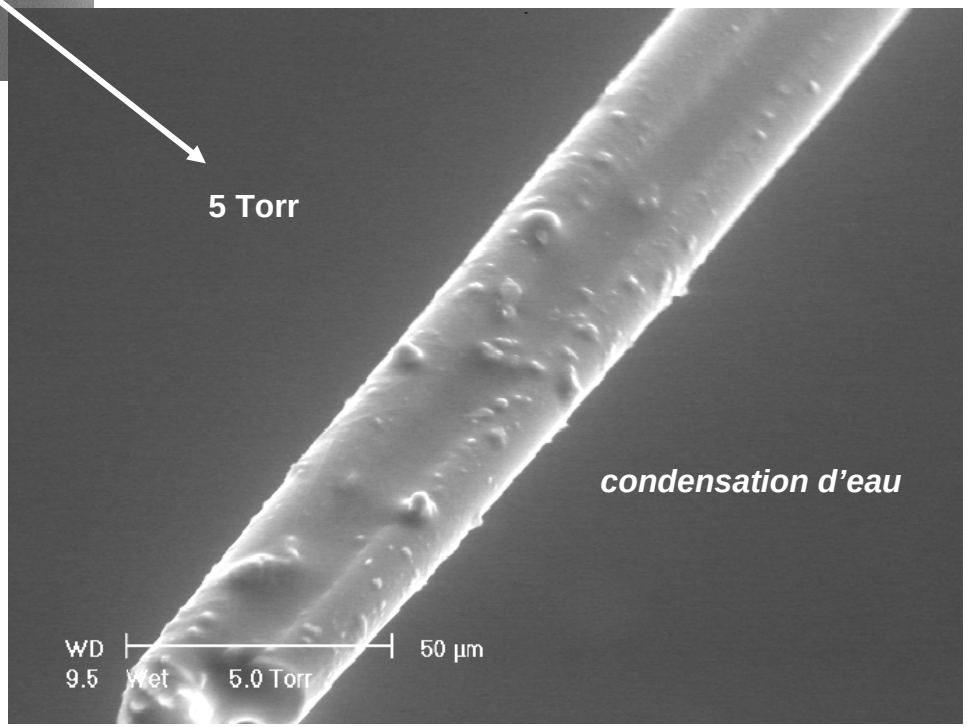
Fibre de laine de verre
Essai d'hygrométrie

Philips XL30 ESEM-FEG



2 Torr

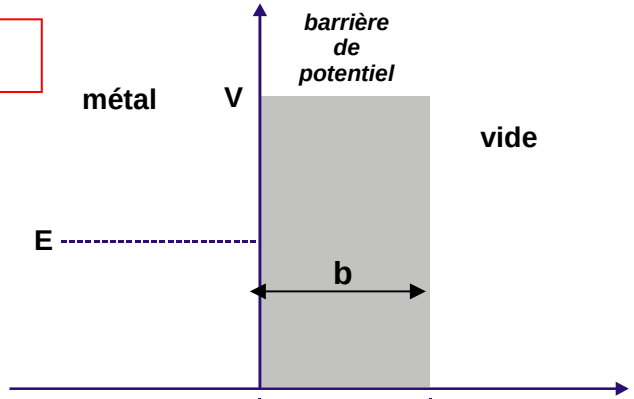
5 Torr



Condensation d'eau au creux des fibres

Les microscopies à champ proche : STM, AFM

Principe de l'Effet tunnel



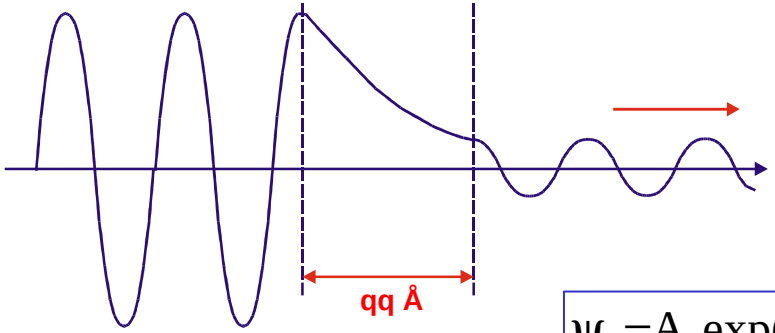
Effet quantique

Courant tunnel $I \propto \exp(-2k_2 b)$

Fonction d'onde :

$\psi^*\psi$

densité de probabilité



$$\psi_1 = A_1 \exp(ik_1 x) + B_1 \exp(-ik_1 x)$$

$$\psi_3 = A_3 \exp(ik_3 x) + B_3 \exp(-ik_3 x)$$

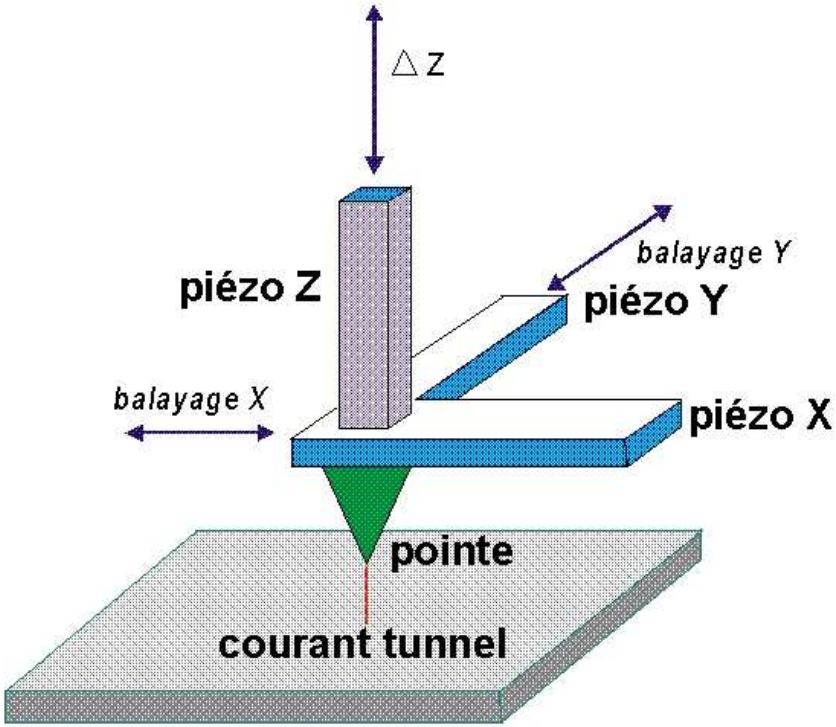
$$\psi_2 = A_2 \exp(-k_2 x)$$

A l 'intérieur du métal, la probabilité de présence de l 'électron est une fonction périodique ; hors de métal, la probabilité diminue très rapidement mais peut avoir une valeur non nulle au delà de la barrière de potentiel si celle-ci est suffisamment étroite.

Les microscopies à champ proche

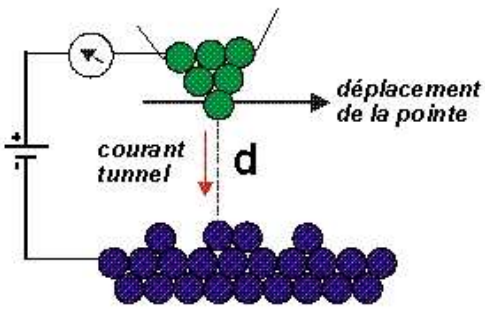
microscopie à effet tunnel (STM) et microscopie à force atomique (AFM)

On mesure le courant « tunnel » qui s'établit entre l'atome de la pointe et un atome de la surface.
Ce courant varie très fortement avec la distance (variation d'une décade par Å)
La pointe balaie la surface, soit en maintenant la distance fixe (et on mesure la variation de courant) soit en maintenant le courant constant (et en déplaçant en Z). La surface 3D est reconstruite par l'ordinateur.



- pointe de W
- échantillon conducteur
- résolution :
  - X, Y : 1Å
  - Z : 0,1 Å

$$I \propto V e^{-d\sqrt{\phi}}$$



microscopie à effet tunnel (STM)

microscopie à effet tunnel (STM)

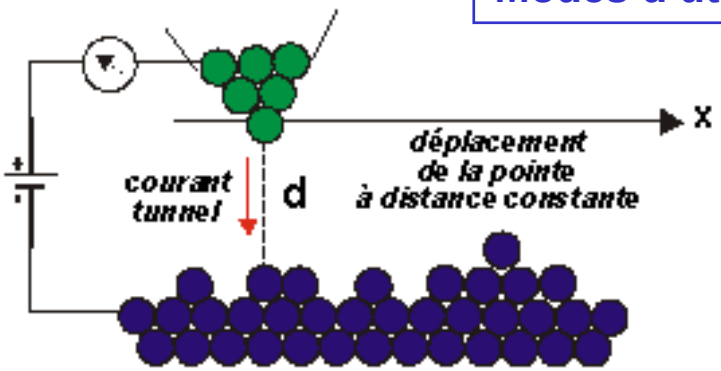
images 3D reconstituées

tête piezo-électrique

ordinateur

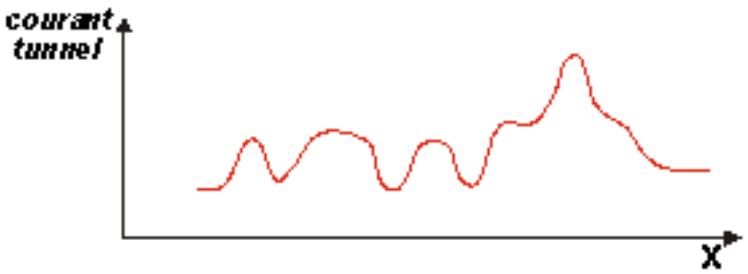
support échantillon

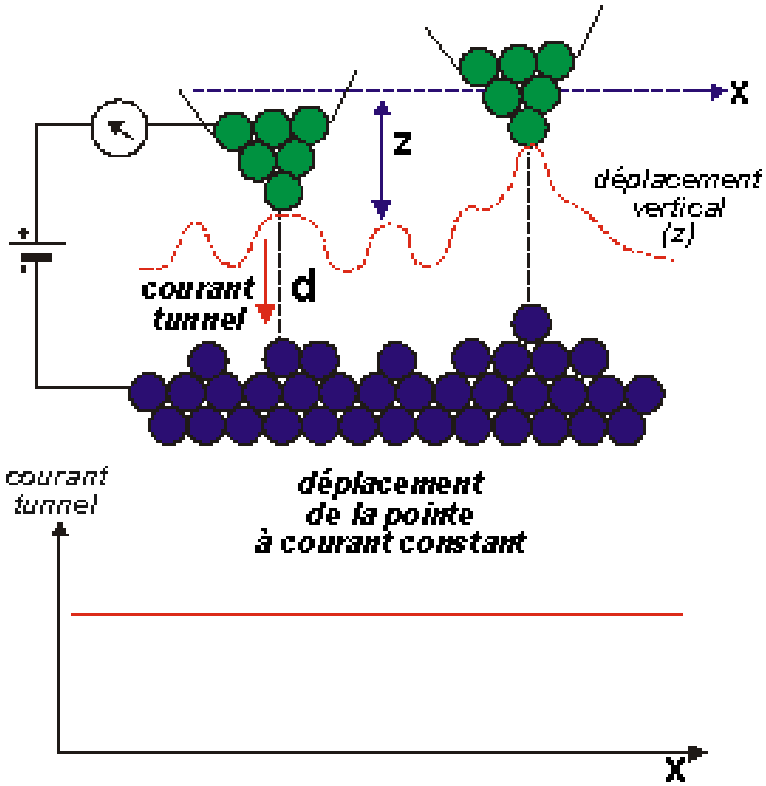
Modes d'utilisation



1) déplacement de la pointe à distance constante (échantillon présentant peu de relief)

On mesure les variations du courant tunnel pour reconstruire l'image





2) déplacement de la pointe à courant tunnel constant échantillon présentant beaucoup de relief)

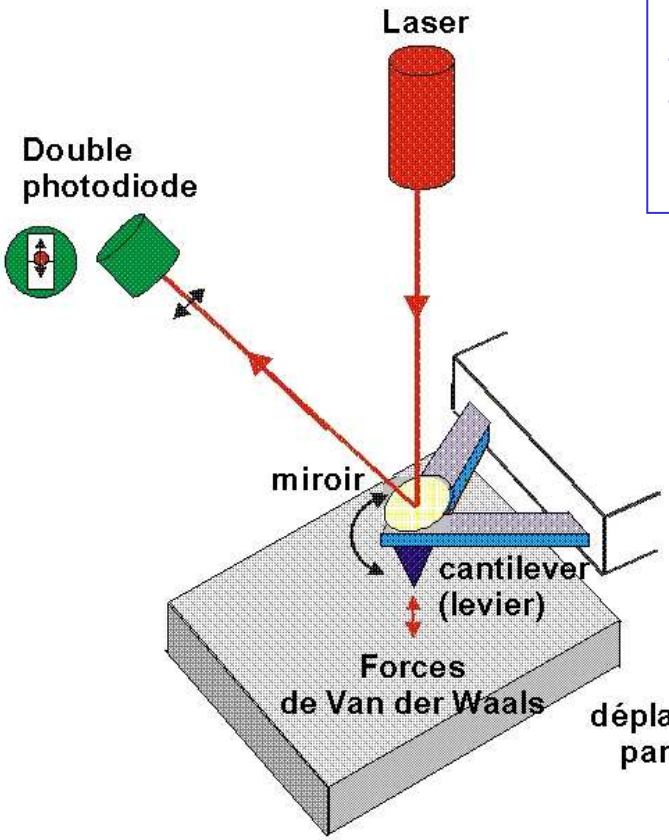
On mesure le déplacement en Z de la pointe nécessaire pour maintenir le courant tunnel constant

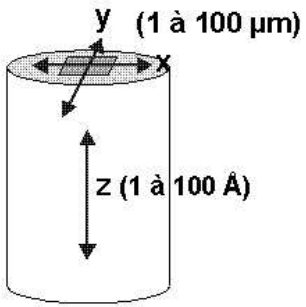
On mesure la force qui s'établit entre l'atome de la pointe et l'atome de la surface (entre 10^{-7} et 10^{-11} N), cette force entraîne un mouvement oscillant de la pointe grâce au bras de levier (cantilever) en fonction du relief de l'échantillon et qui est mesuré à l'aide d'un miroir fixé sur le cantilever et une double photodiode.

- pointe N4Si3
- échantillon non conducteur
- résolution :
  - X, Y : 1Å
  - Z : 0,1 Å

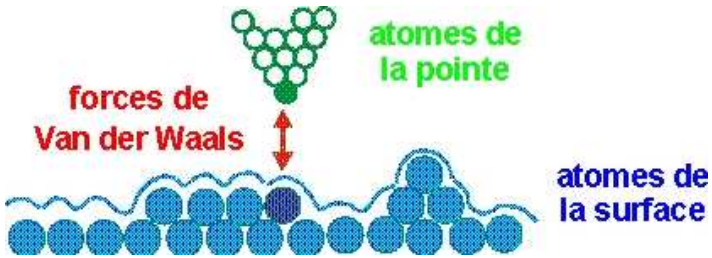
Modes d'utilisation :
- statiques (contact)
- vibrants
  - non-contact
  - tapping

Nature des forces :
- électrostatiques
- Van der Waals
- chimiques
- élastiques
- capillaires (air)
- ioniques (liquides)
- solvation (liquides)

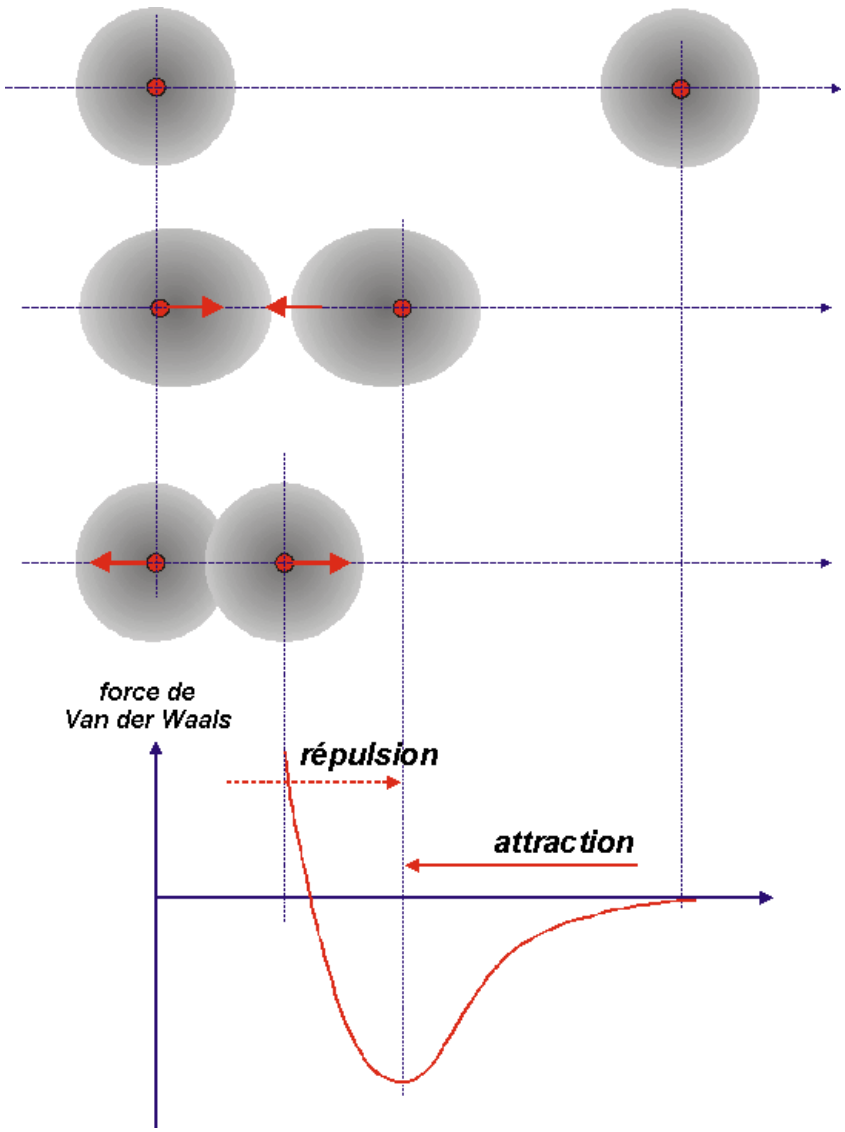




déplacement de l'échantillon par un tube en céramique piézoélectrique



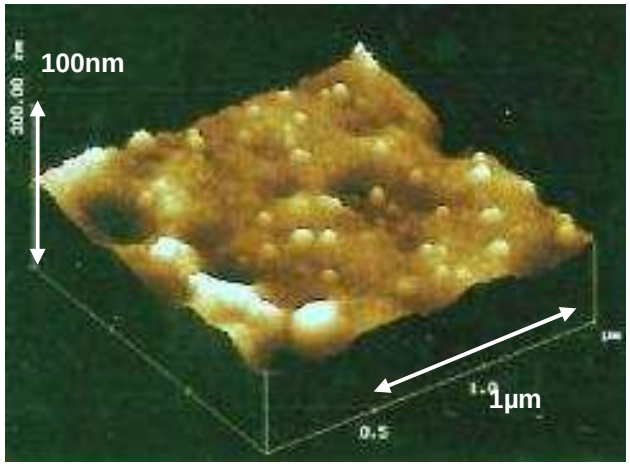
microscopie à force atomique (AFM)



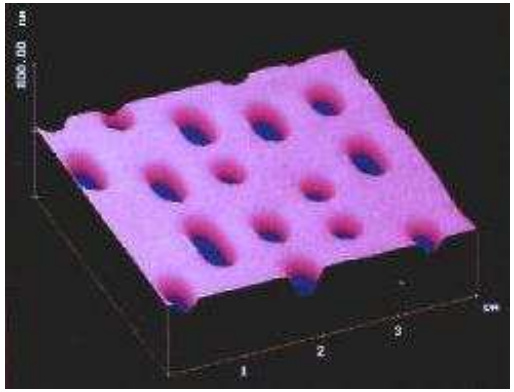
Lorsque les atomes se rapprochent, une force attractive apparaît entre les noyaux et le nuage électronique de l'autre atome.

Cette force croît jusqu'à une certaine distance où les effets de répulsions entre les parties de même charge électrique apparaissent.

La force d'attraction diminue et devient répulsive lorsque les nuages s'interpénètrent.

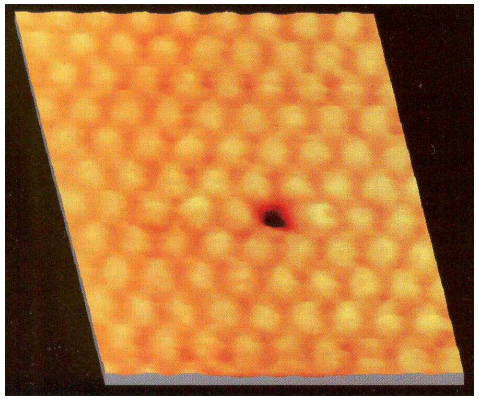


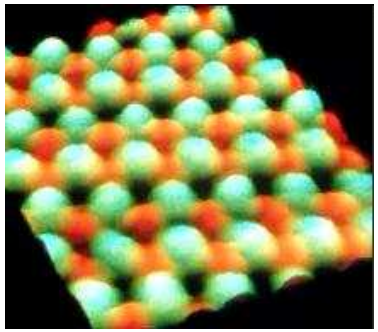
Traces de laminage sur une plaque d'Al (AFM)



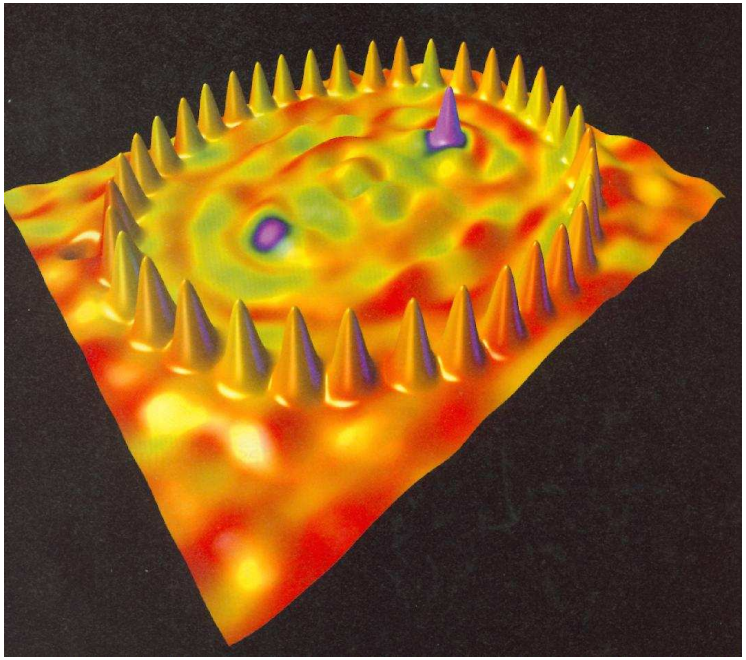
Structure d'un DVD

lacune
50x50Å





atomes de germanium



<u>Microscopie tunnel</u> :
image de 36 atomes de Co sur une surface de Cu disposés en ellipse.
Un autre atome de Co est sur l'un des foyers de l'ellipse.
On observe sur l'autre foyer l'image fantôme d'un atome de Co, provoquée par la réflexion des ondes électroniques sur les atomes de l'ellipse, qui se focalisent au niveau du foyer.