

La microscopie électronique en transmission : techniques et applications

Mohamed SENNOUR

Rappels historiques

1897: J. J. Thomson découvre l'électron en étudiant les rayons cathodiques



1925: Louis de Broglie postule la nature ondulatoire de la matière: $\lambda = h/mv$



1926: C. Davisson et L. Germer montrent la nature ondulatoire des électrons



1926: Hans Busch démontre qu'un champ électromagnétique a le même effet sur un électron qu'une lentille optique sur un rayon lumineux



1927: Wehnelt et Gabor préconisent l'utilisation des champs électrique et magnétique pour focaliser les rayons cathodiques



1930: Début des travaux de Ernst Ruska et Max Knoll à TH Berlin

1931: Ruska et Knoll obtiennent la première image agrandie 14.4 fois.

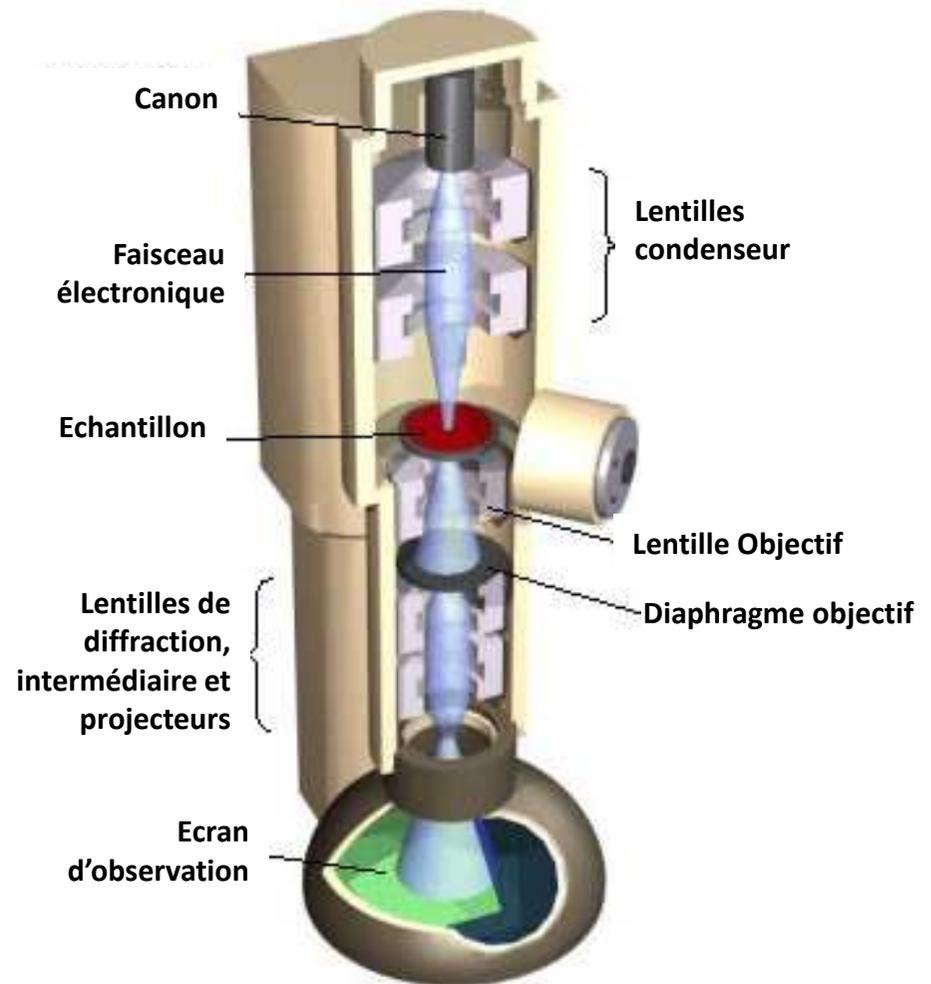
1986: Ernest Ruska est lauréat du prix Nobel de physique



Le microscope électronique à transmission (MET)

Microscope FEI TECNAI F20-ST

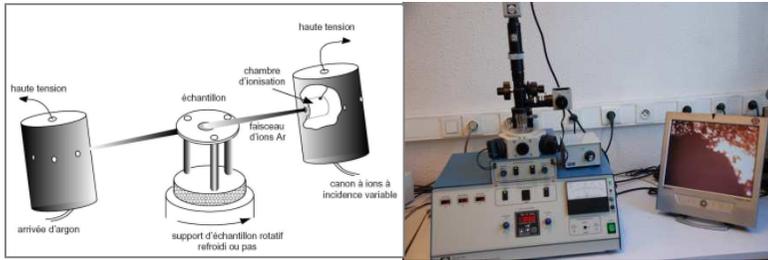
Centre des Matériaux – MINES Paris Tech



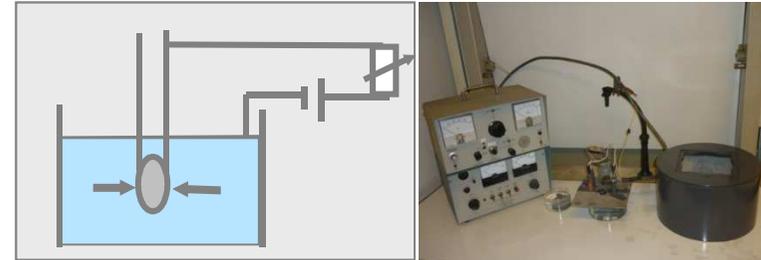
Les techniques de préparation des échantillons

La qualité des observations et des analyses en MET est conditionnée par la qualité des échantillons

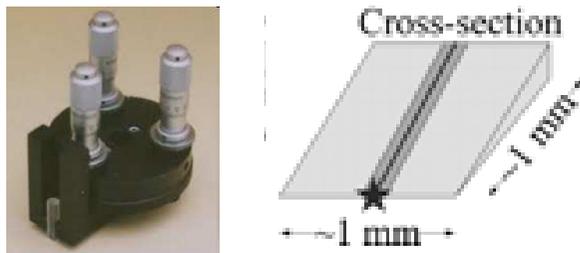
Amincissement ionique (Ar^+)



Amincissement électrolytique



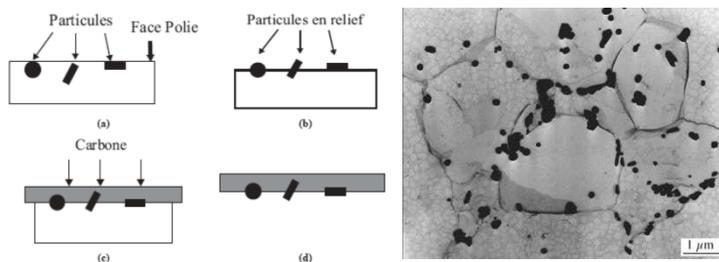
Polissage Tripode



Usinage ionique (FIB)



Répliques extractives

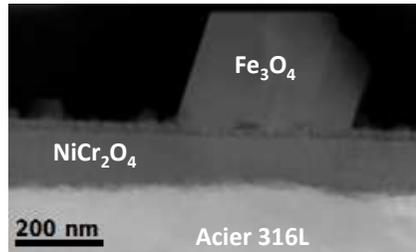


Ultramicrotomie

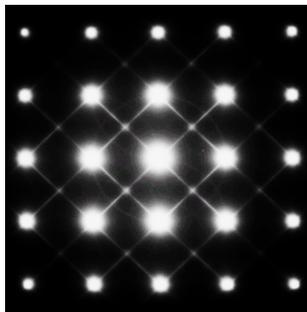


Le MET: un mini-laboratoire

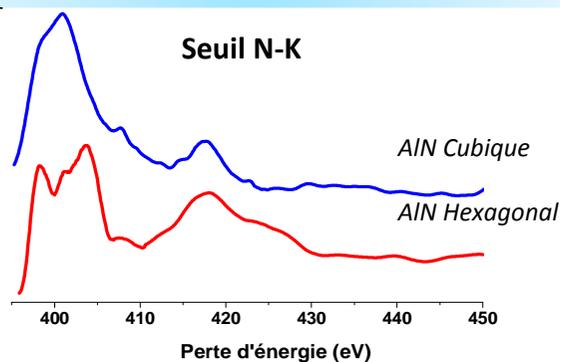
STEM-HAADF
Contraste chimique



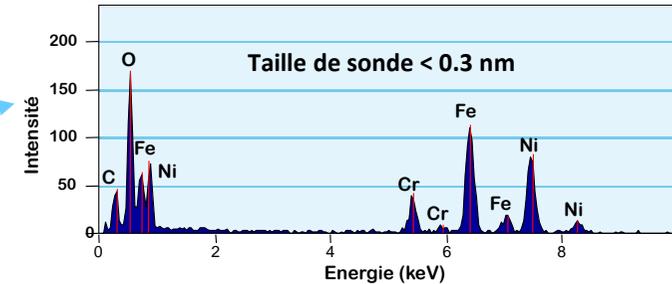
Diffraction électronique
Cristallographie



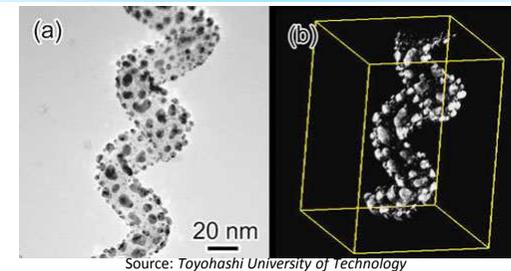
EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy)
Composition et liaison chimique



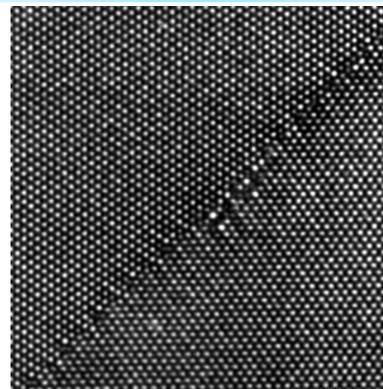
Analyse EDX (Energy Dispersive X-ray)
Composition chimique locale



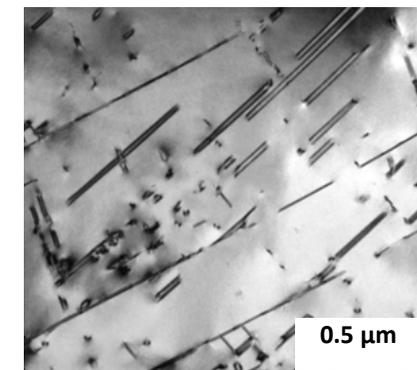
Tomographie Electronique
Imagerie 3D



Imagerie haute résolution
Structure atomique

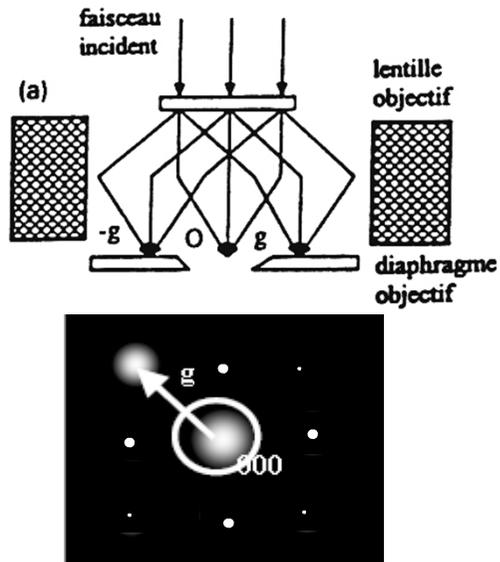


Imagerie conventionnelle
Microstructure, défauts, ...

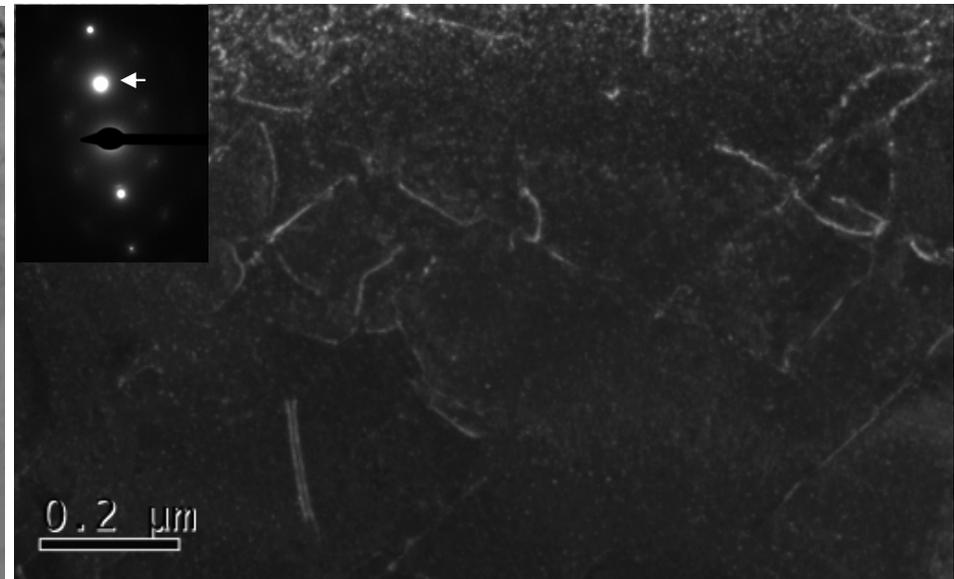
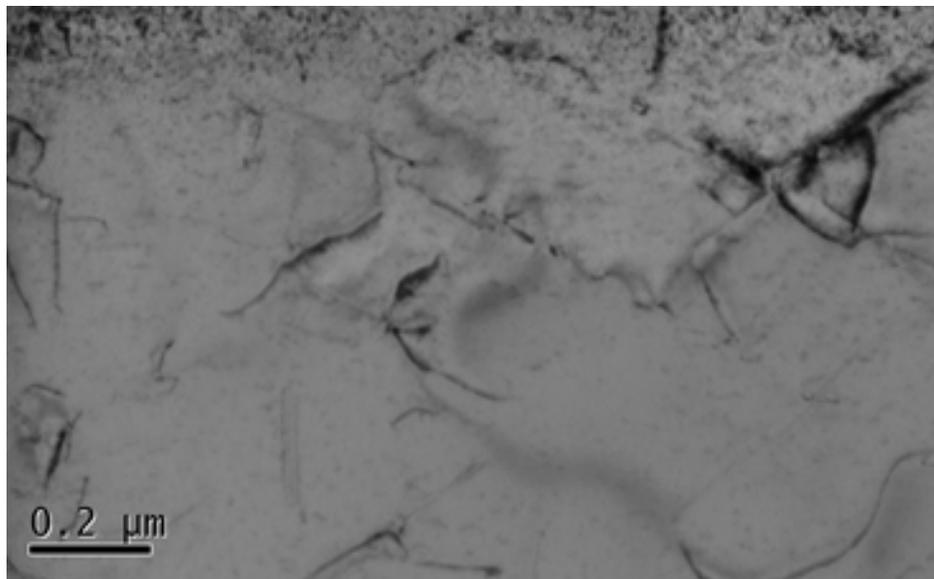
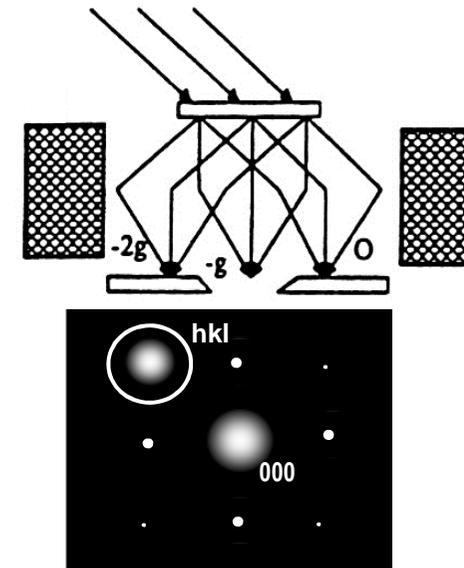


Imagerie conventionnelle

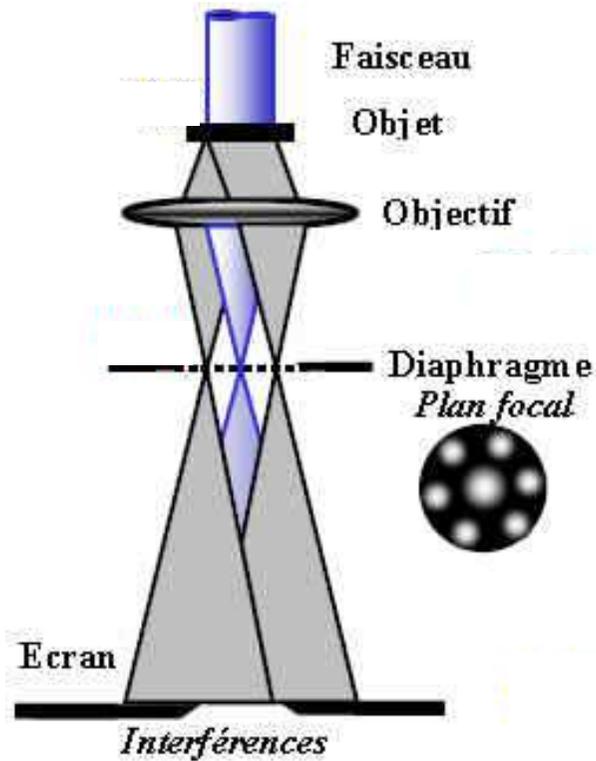
Champ clair



Champ sombre

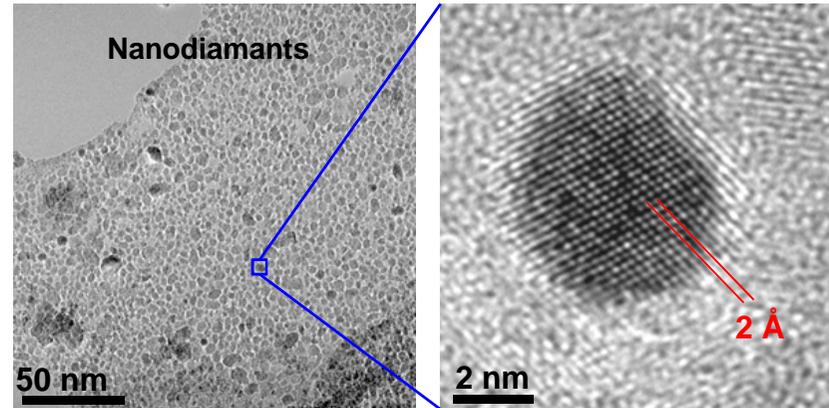


Imagerie haute résolution



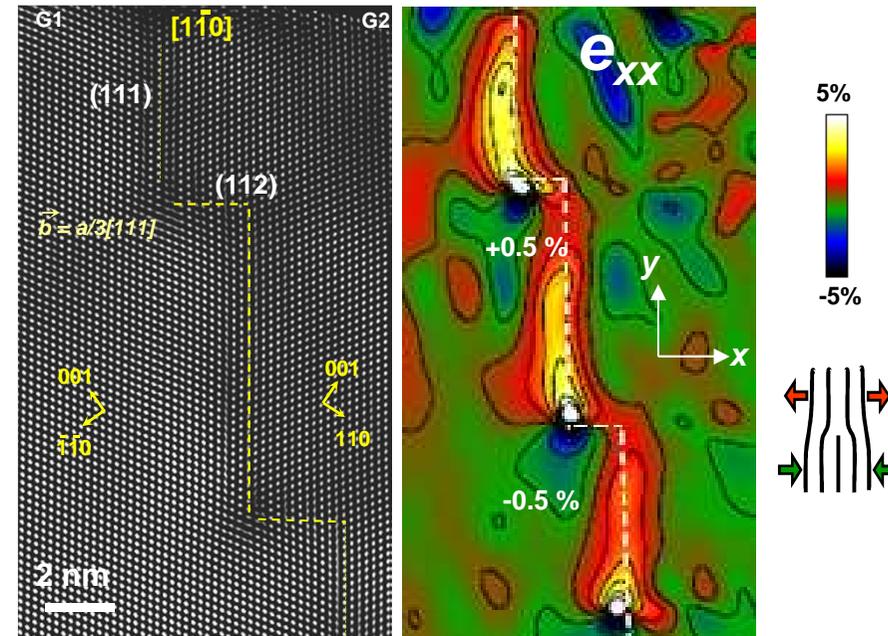
Contraste de phase

Caractérisation des nanomatériaux
J-P. Boudou et al., *Nanotechnology* 20 (2009)235602

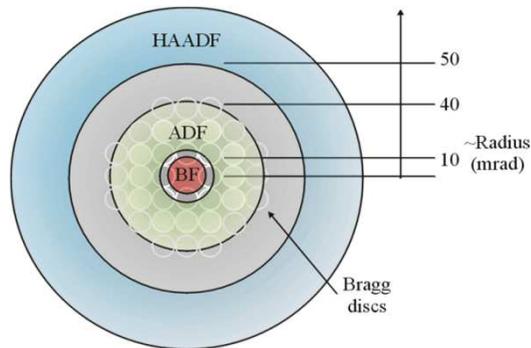
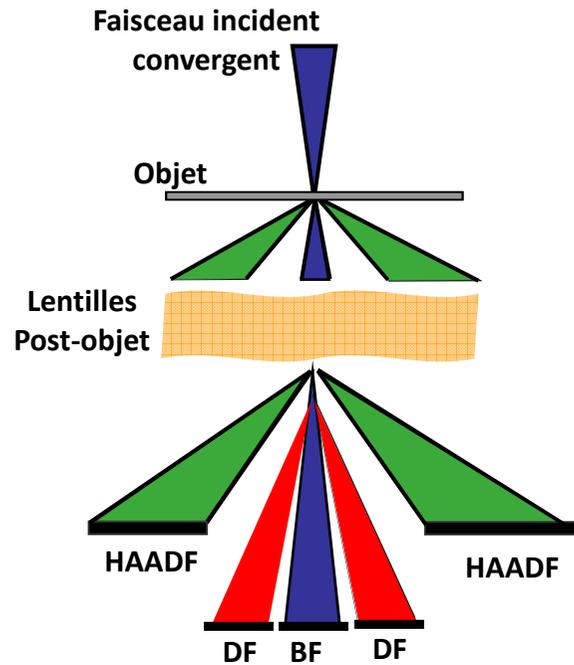


Analyse quantitative des images

Déformations locales dans un joint $\Sigma 3$ dans le cuivre nanocristallin
Sennour et al., *J. Mat. Sci.*, 43(2008) 3806



Imagerie en mode balayage en transmission (STEM)

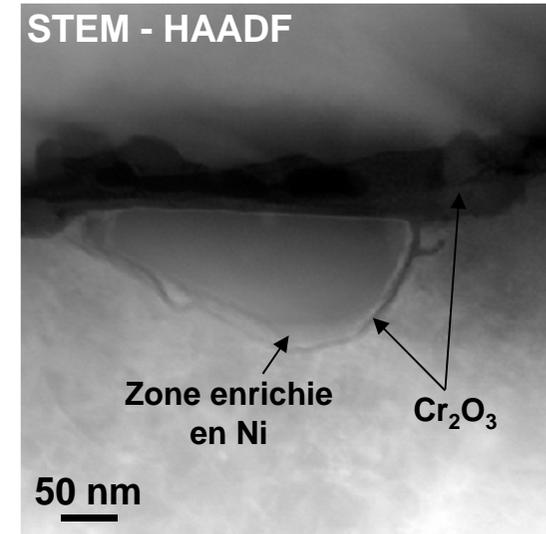
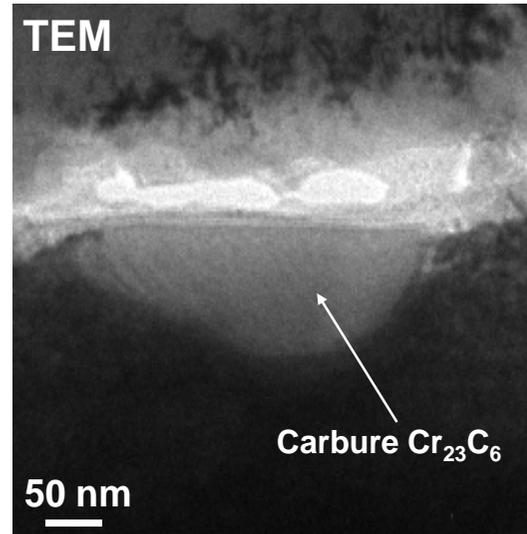


High-Angle Annular Dark-Field (HAADF) :

$$I \propto Z^2 \text{ (Z-contrast)}$$

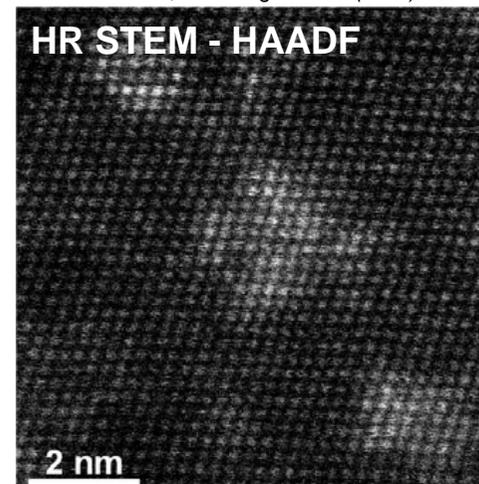
STEM-HAADF

Corrosion sous contrainte de l'alliage 600
Thèse P. Laghoutaris - 2009



STEM-HAADF à résolution atomique

Alliage Al - 3%Ag
R. Erni et al., Phil. Mag. Let. 83 (2003) 599

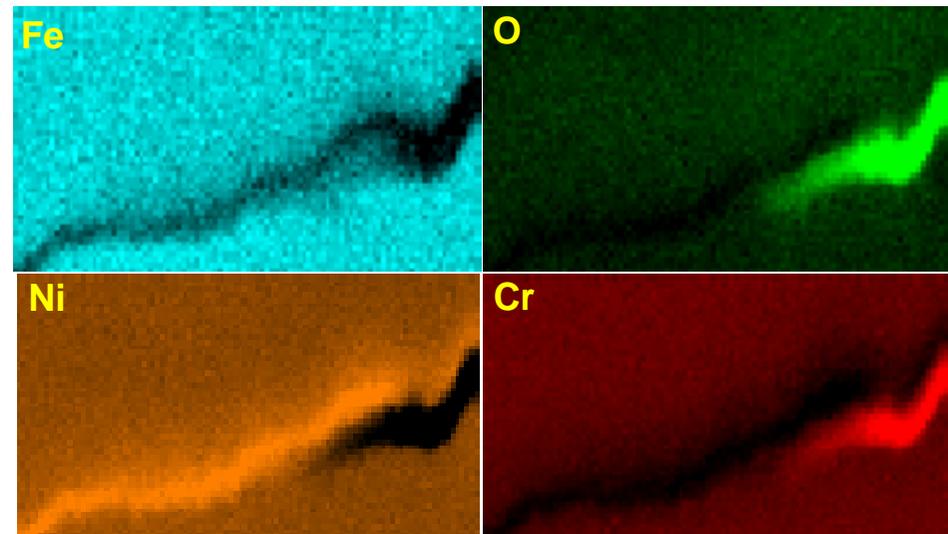
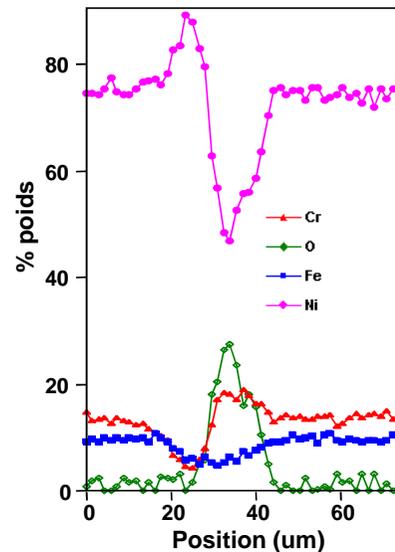
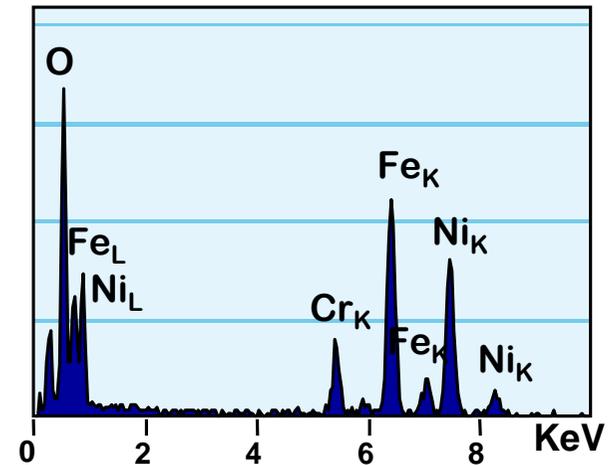
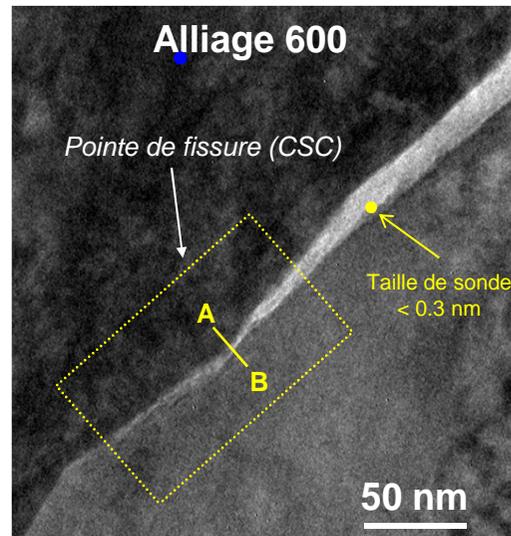
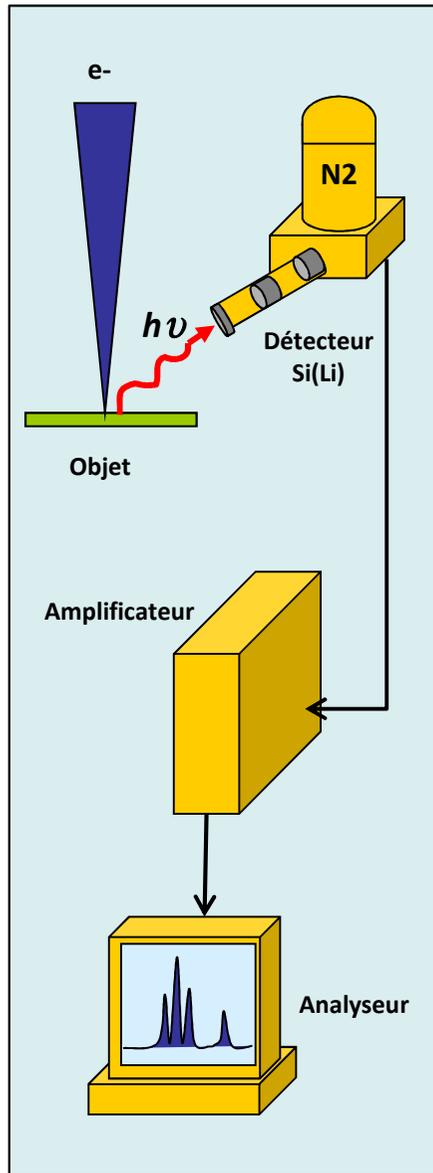


Spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX)

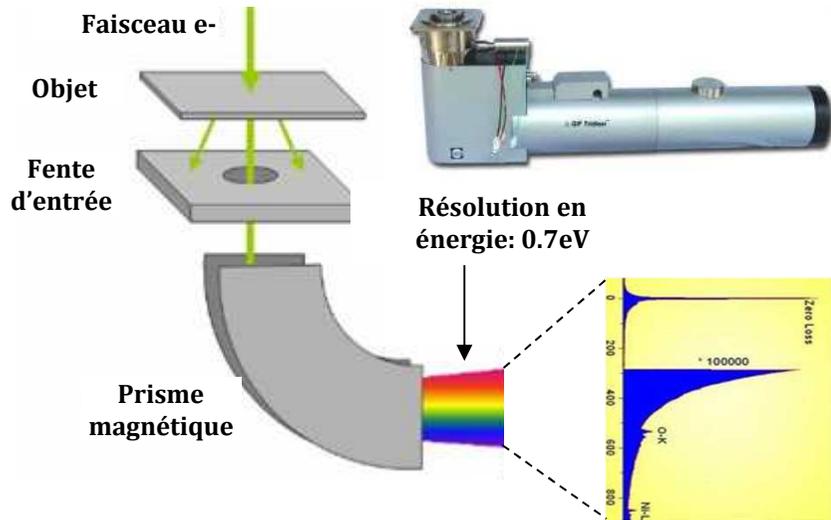
Analyse chimique locale des matériaux

Pointe de fissure oxydée dans l'alliage 600

Sennour et al., Journal of Nuclear Materials 393 (2009) 254–266

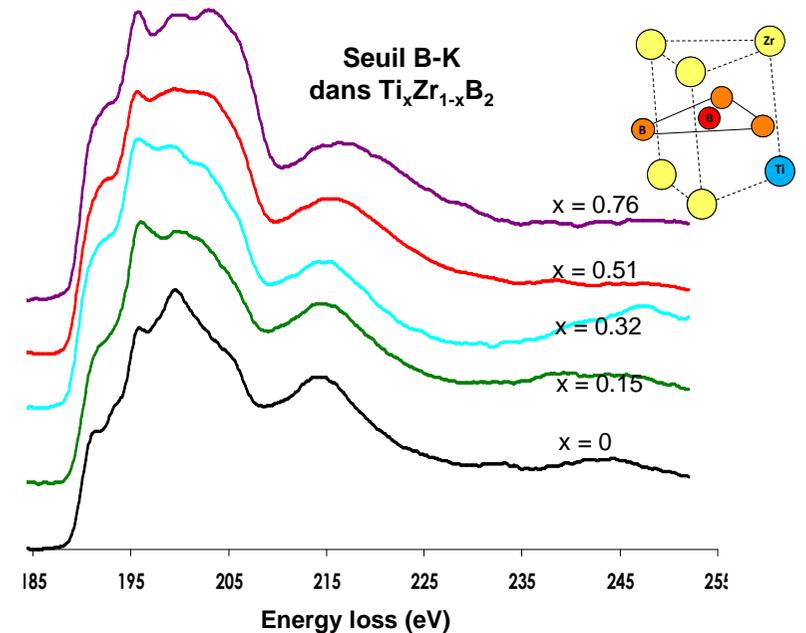
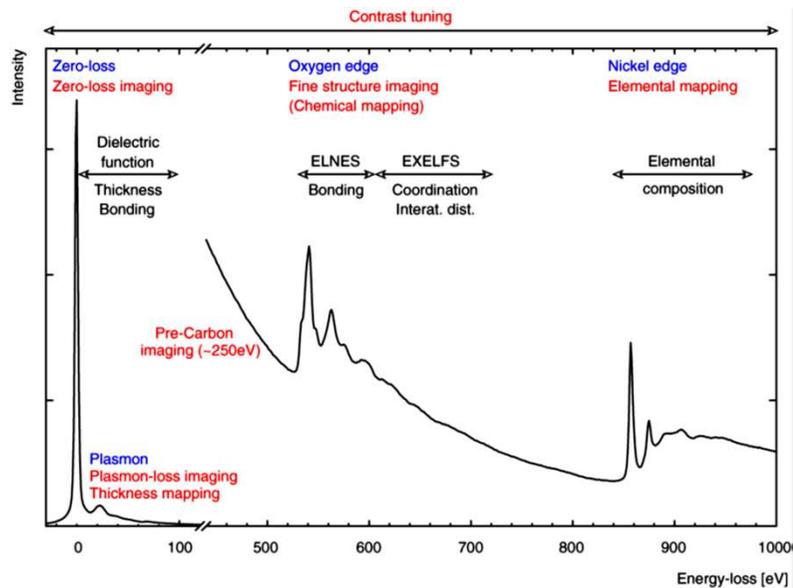
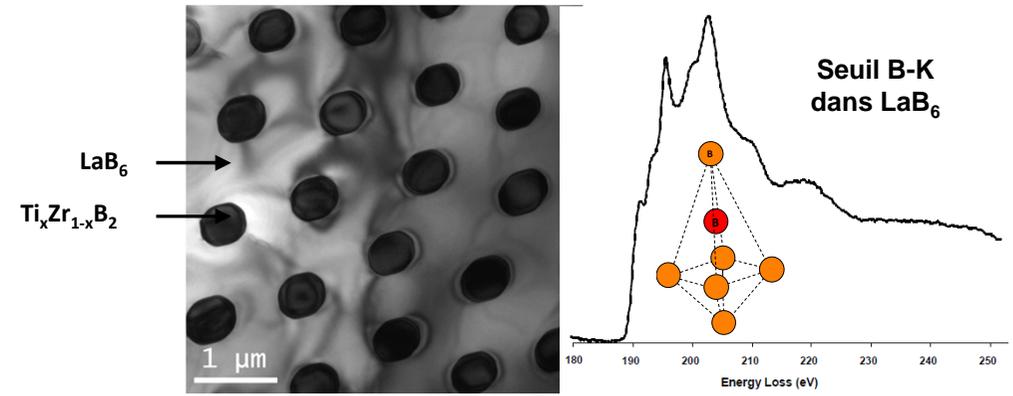


Spectroscopie des pertes d'énergie des électrons (EELS)

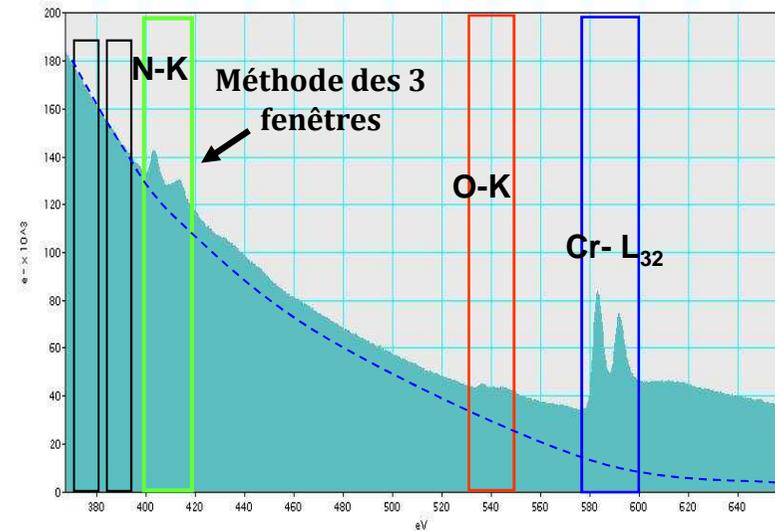
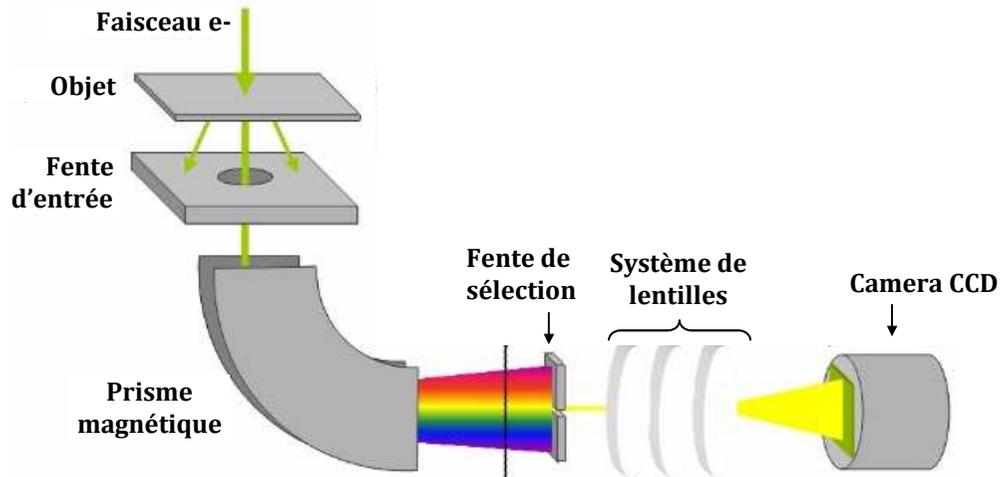


Investigation de la cristallographie locale

Céramiques eutectiques $\text{LaB}_6/\text{Ti}_x\text{Zr}_{1-x}\text{B}_2$
I. Jouanny et al. *J. of the Eur. Cer. Soc.*, 34 (2014) 2101–2109



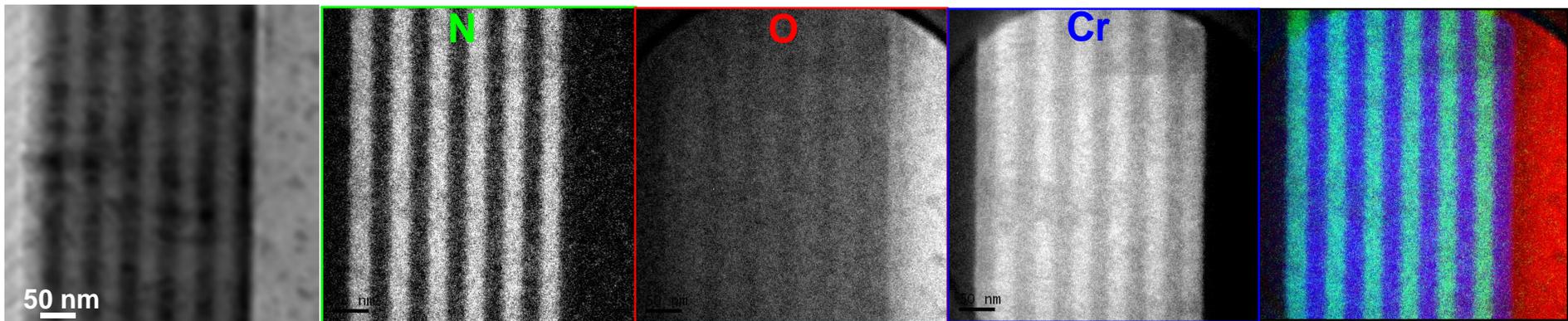
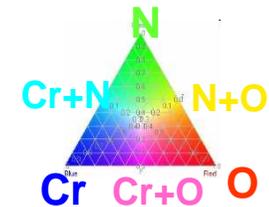
Imagerie filtrée en énergie (EFTEM)



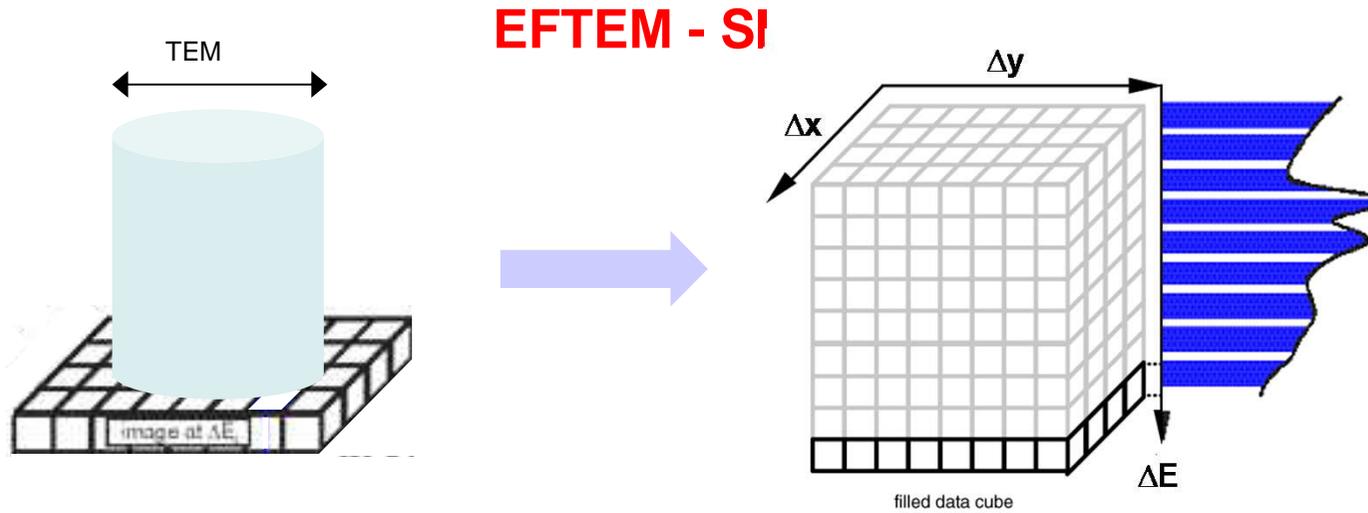
Cartographie chimique à haute résolution

Revêtement multicouche Cr/CrN sur un substrat en Si

M-H. Berger, S. Labdi

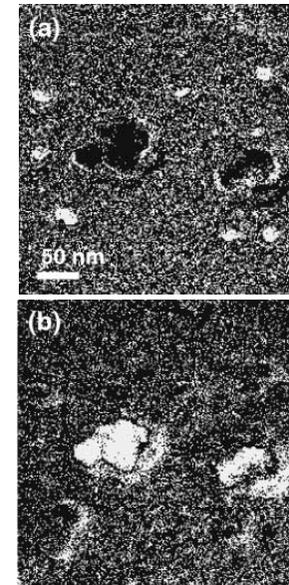
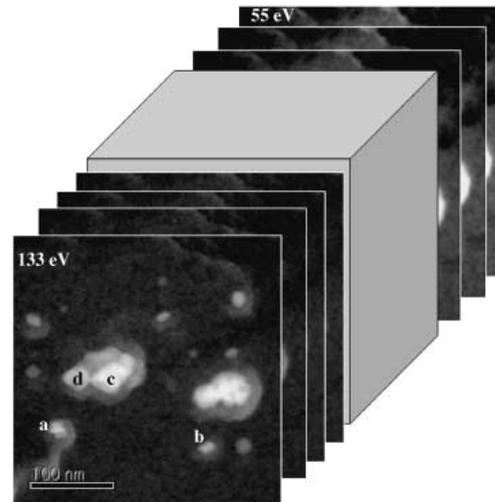
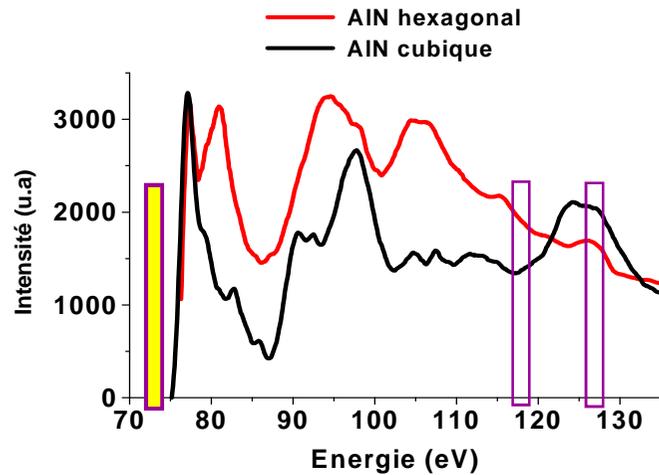


Spectrum - Imaging (SI)



Imagerie des structures fines

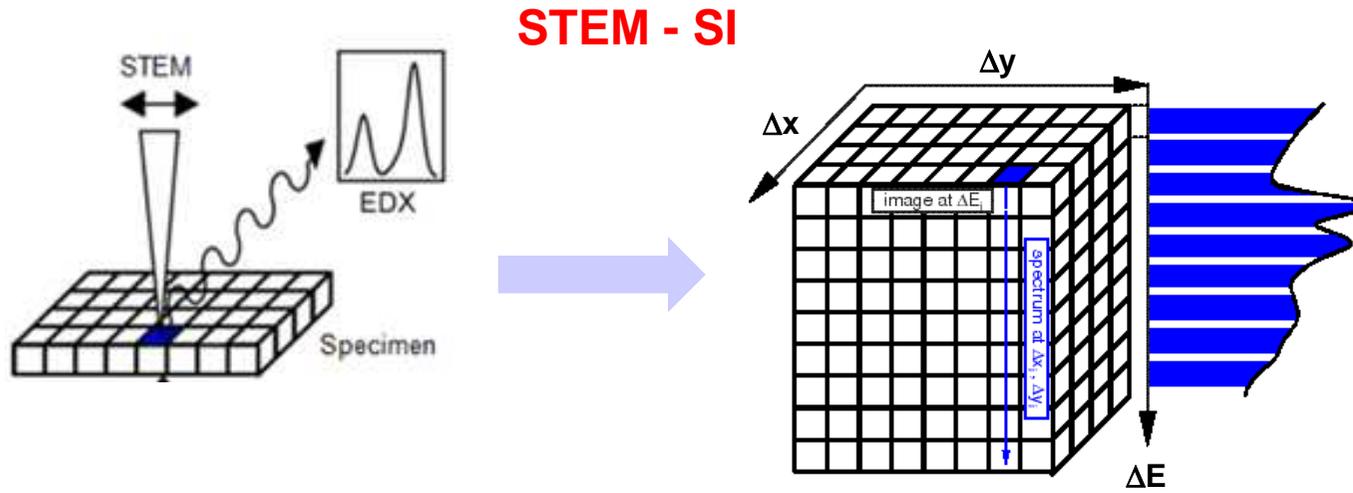
Cartographies AIN Cubique / AIN hexagonal dans un alliage base fer
P. Bayle-Guillemaud et al., Journal of Microscopy, Vol. 210, Pt 1 April 2003, pp. 66-73



**AIN
cubique**

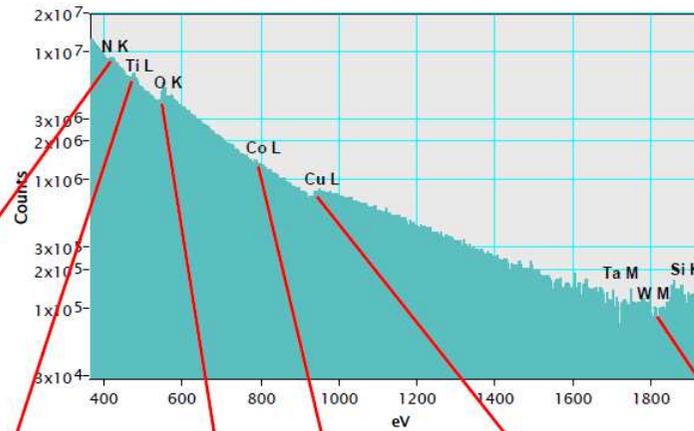
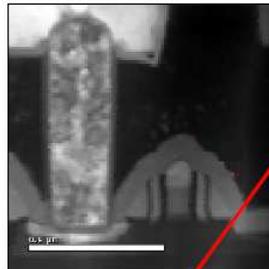
**AIN
hexagonal**

Spectrum - Imaging (SI)

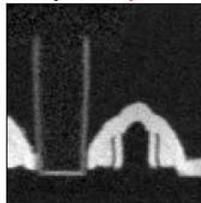


Document Gatan®

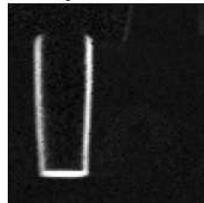
EELS STEM-SI



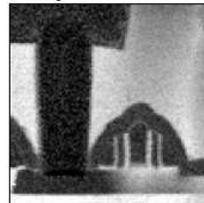
N Map



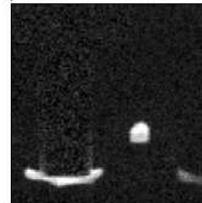
Ti Map



O Map



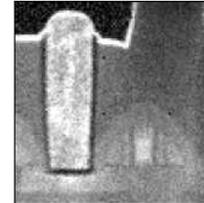
Co Map



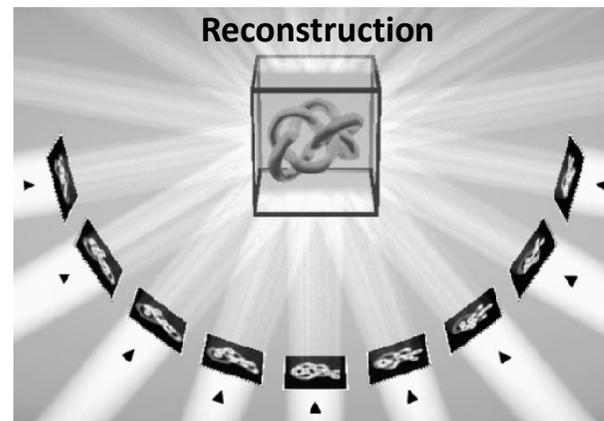
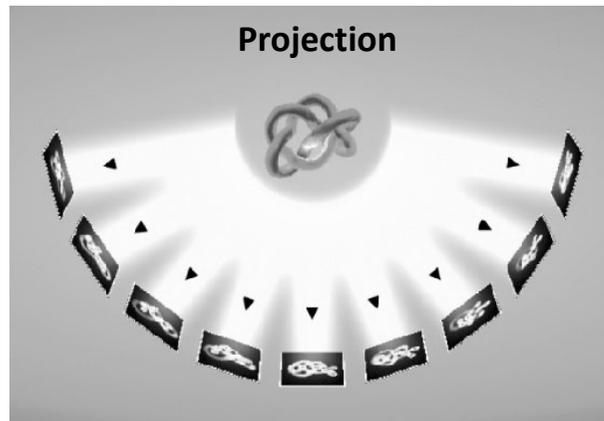
Cu Map



Ta + Si + W



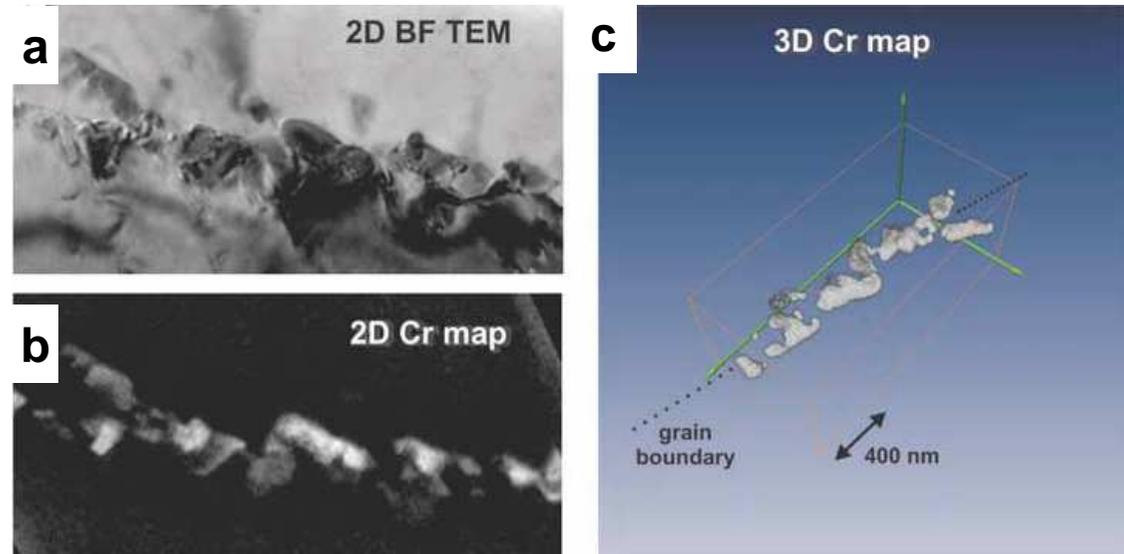
La tomographie électronique



Imagerie 3D des défauts dans les matériaux

Précipités de chrome dans un joint de grain d'un acier 316L

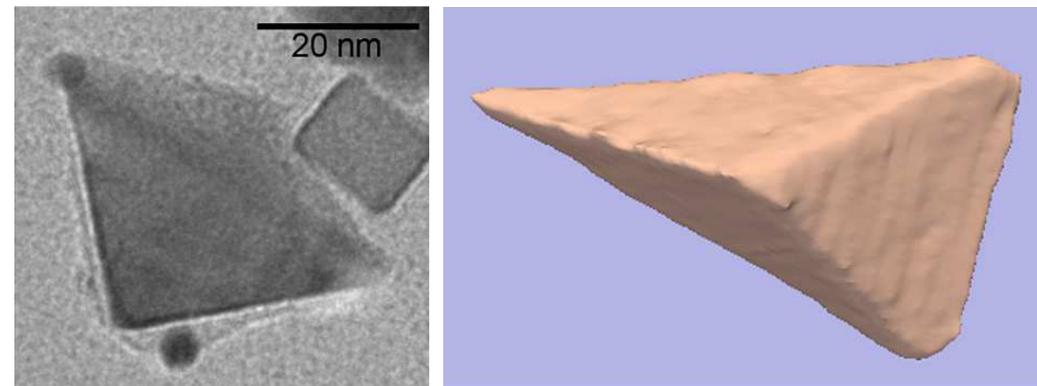
Weyland et al., *Materials Today*, decembre 2004, 32.



Structure 3D des nano-objets

Nanoparticules de palladium

Ersen et al., *Solid State Sciences* 9 (2007) 1088-1098

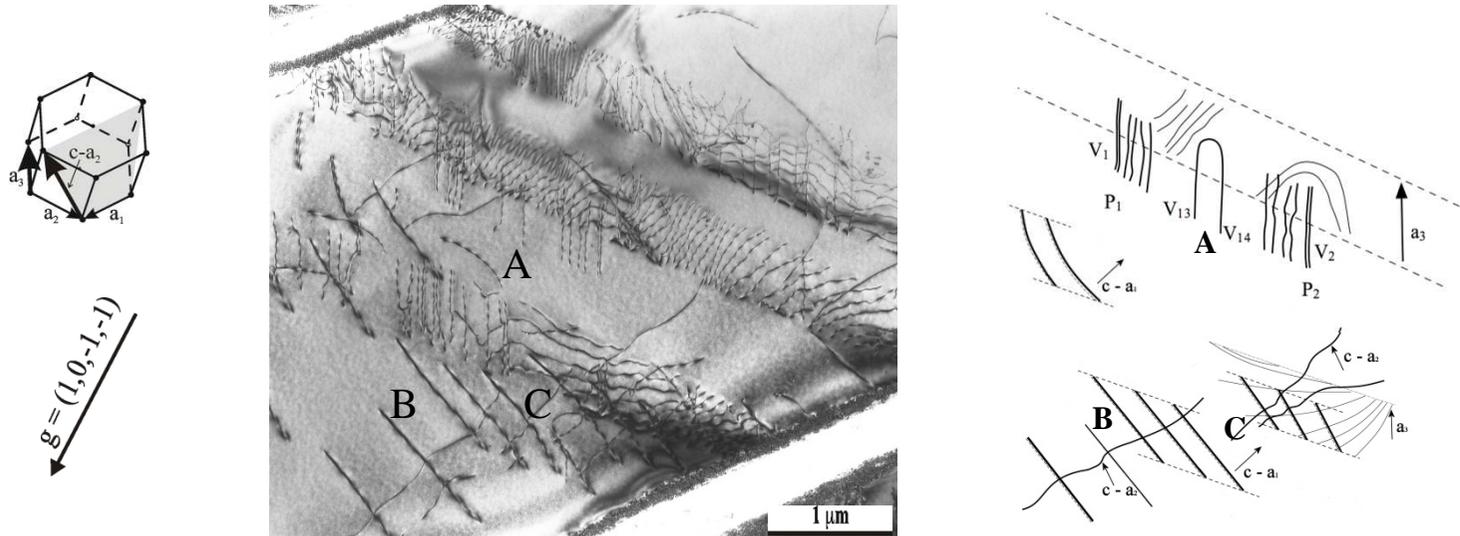


Exemples d'études MET réalisées au CDM

Microstructures des dislocations et des précipités

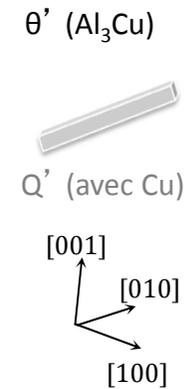
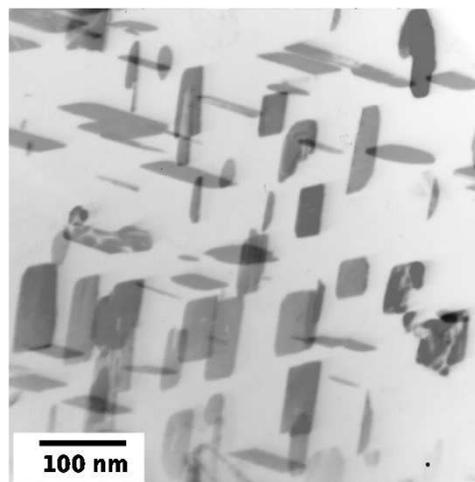
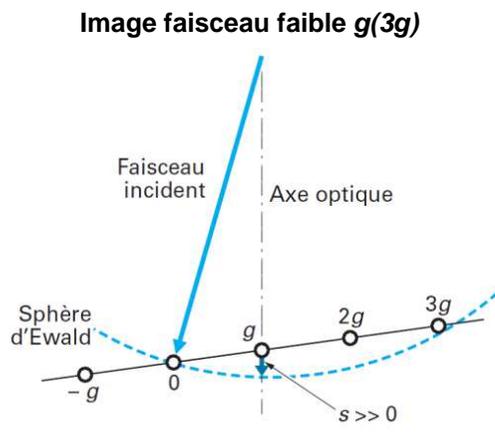
Microstructure de dislocations dans l'alliage Ti-6242 déformé

Thèse H. Jousset - 2008



Précipités θ' and Q' dans l'alliage base $AlSi_7Cu_{3.5}Mg_{0.1}$

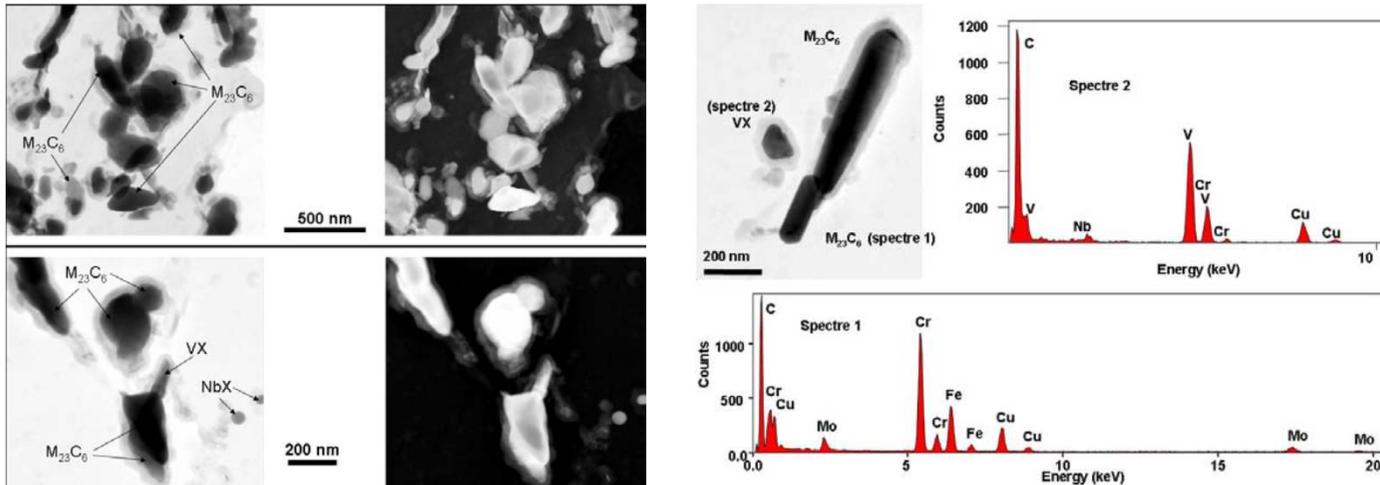
Thèse P. Osmond - 2010



Précipités dans les alliages métalliques

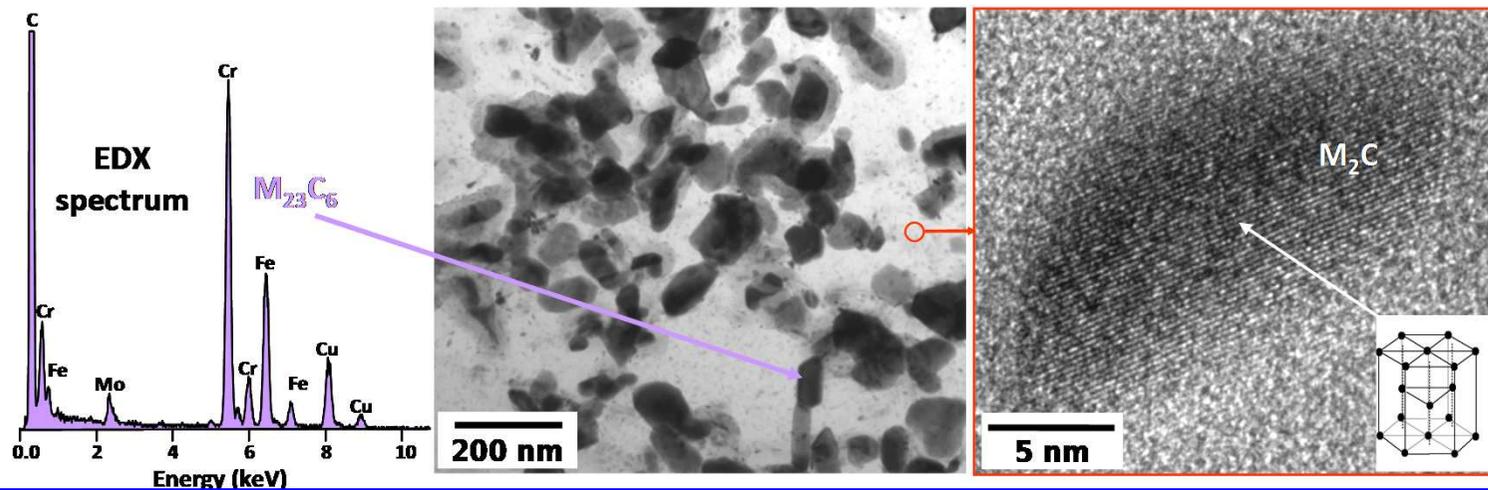
Analyse MET de la précipitation dans un joint soudé d'un acier 9Cr-1Mo modifié

Thèse F. Vivian - 2009



Caractérisation MET des précipités $M_{23}C_6$ et M_2C dans l'acier martensitique P91

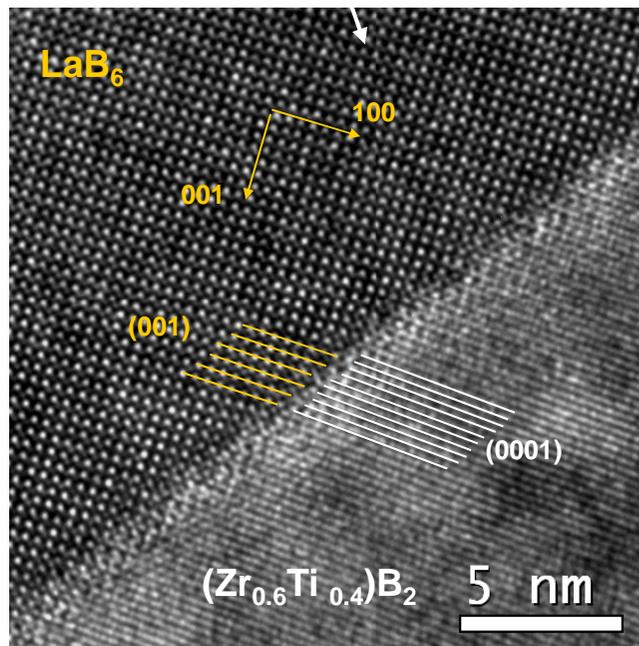
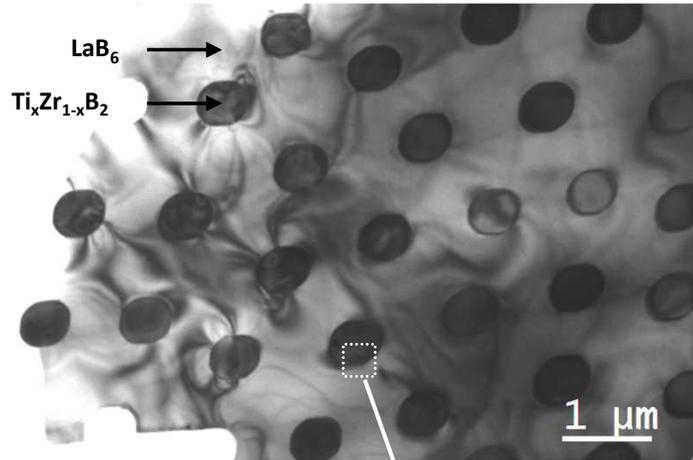
Thèse E. Piozin - 2014



Couches minces / interfaces

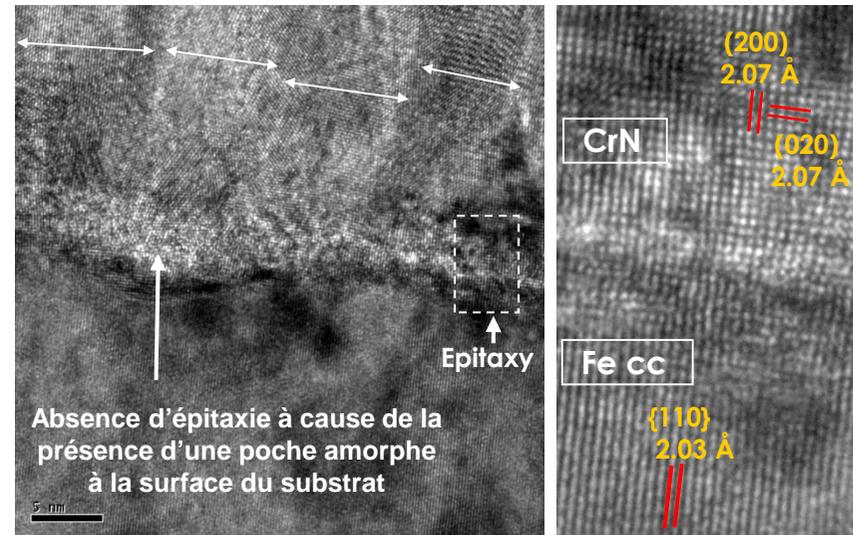
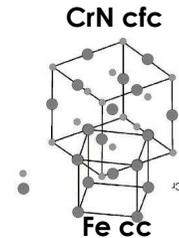
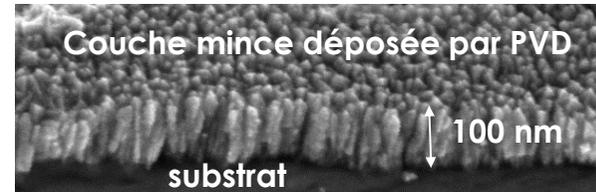
Caractérisation des céramiques eutectiques de type $\text{LaB}_6 / (\text{Zr}_{1-x}\text{Ti}_x)\text{B}_2$

Post-doc I. Jouanny - 2011

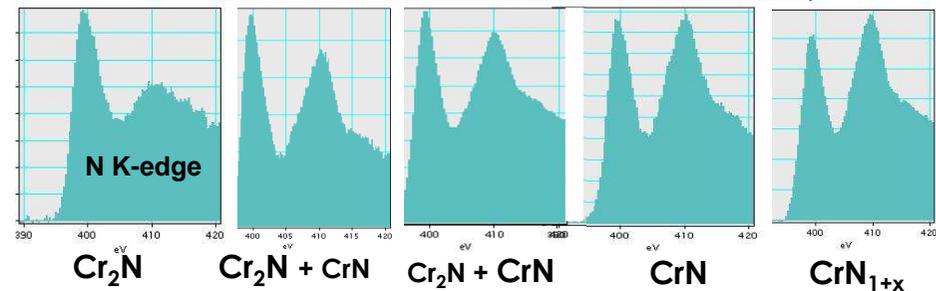


Analyse MET de revêtements CrN sur un substrat en acier

Post-doc P. Girardon - 2009



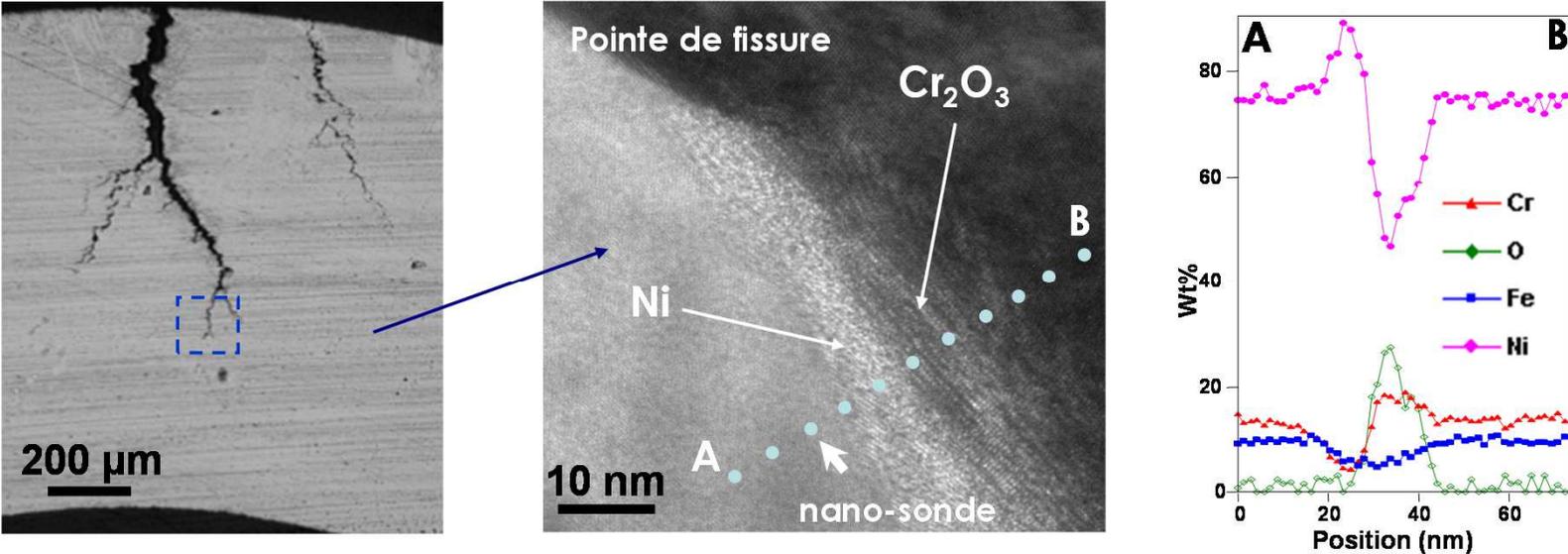
increase of N_2 partial pressure during film deposition



Les fissures de CSC

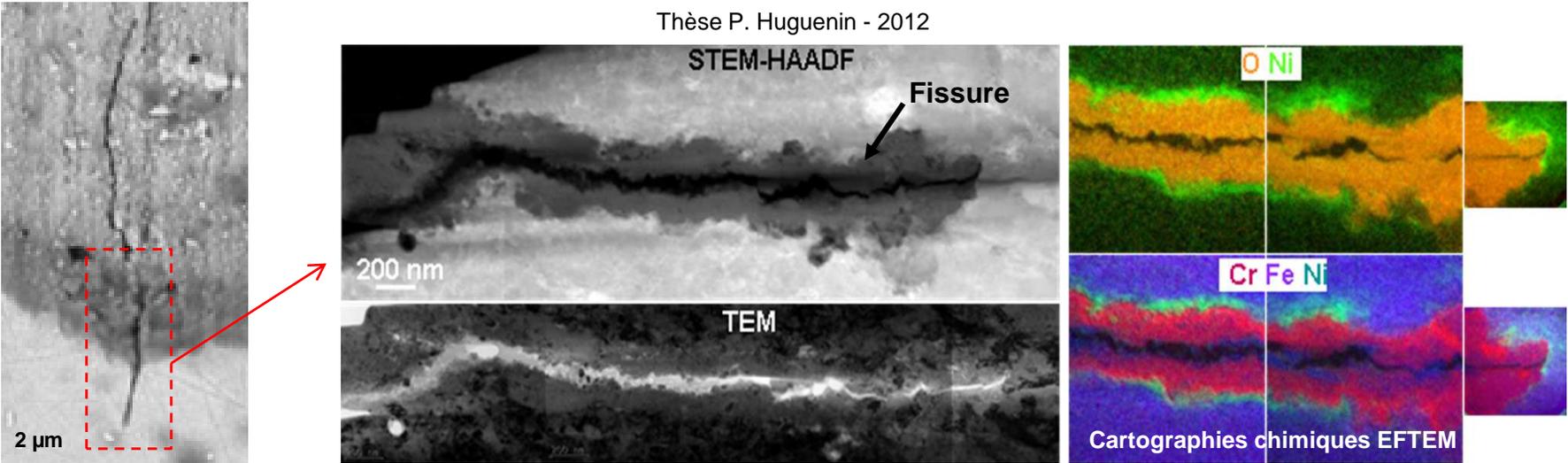
Étude par MET de la corrosion sous contrainte de l'alliage 600

Thèse P. Laghoutaris - 2009



Caractérisation MET de la corrosion sous contrainte de l'alliage 304L laminé

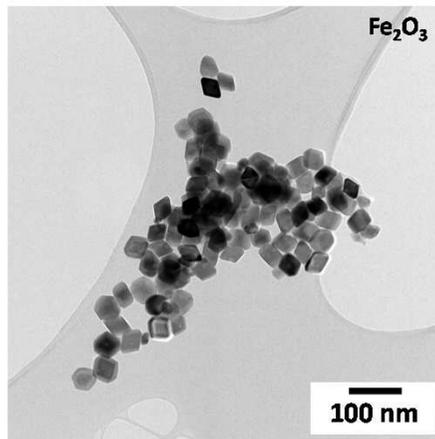
Thèse P. Huguenin - 2012



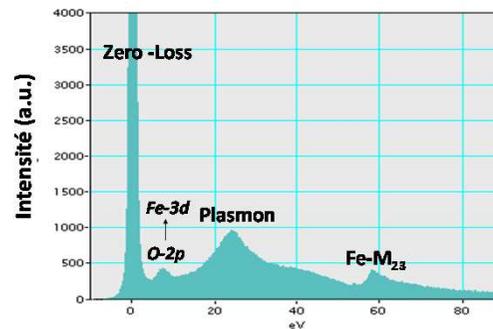
Etude de la structure et des Propriétés des nanomatériaux

Etudes des propriétés diélectriques de nanoparticules pour la modélisation de la perception des peintures de véhicules

Thèse M. Benachour - 2015



Acquisition de spectre EELS low-loss sur une particule d'hématite avec une bonne résolution énergétique (0.7 eV)



Calcul des parties réelle (ϵ_1) et imaginaire (ϵ_2) de la fonction diélectrique

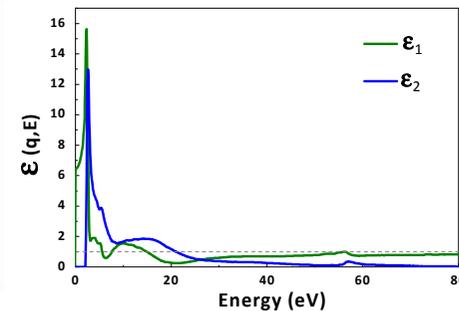
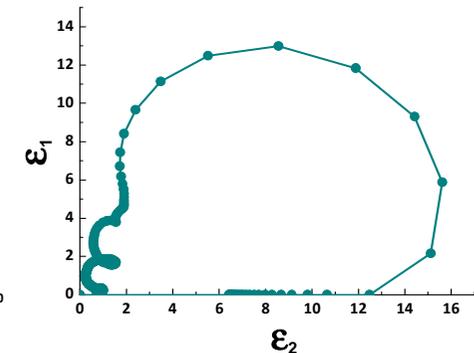


Diagramme Cole-Cole $\epsilon_2=f(\epsilon_1)$ présentant les différents phénomènes de polarisation



Toxicité des nanoparticules : caractérisation MET et par nanotomographie de nanoparticules d'oxydes

Post-doc A. Maguer - 2009

