



Un équipement de dernière génération en Poitou-Charentes pour analyser et optimiser les matériaux : le Microscope Electronique analytique à Balayage haute résolution

Le Microscope Electronique analytique à Balayage (MEB) JEOL 7001F-TTLS installé dans les locaux de l'Institut Pprime est un équipement versatile capable de produire des images en haute résolution. Il possède des détecteurs pour l'analyse chimique quantitative de tous les éléments du tableau périodique depuis le bore jusqu'à l'uranium. Divers matériaux solides peuvent y être imagés et analysés : polymères, composites, céramiques, semiconducteurs, métaux, verres...

I. Pourquoi la microscopie électronique à balayage ?

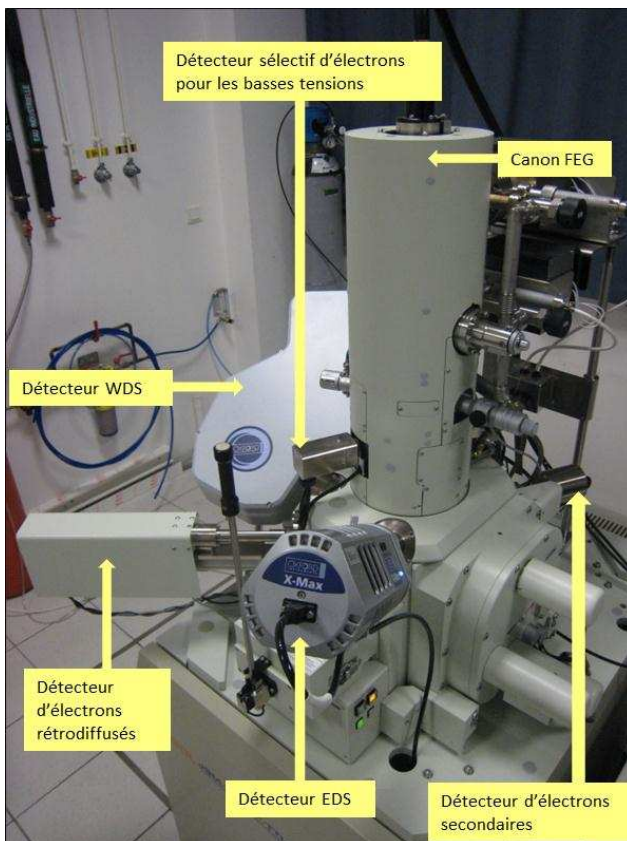
Pour l'imagerie d'objets macroscopiques jusqu'à l'infiniment petit

Lorsque les dimensions d'un objet sont trop petites pour qu'il puisse être observé au microscope optique (MO), l'observation par microscopie électronique à balayage (MEB) devient nécessaire. Un MO permet des grossissements jusqu'à $\times 5\,000$ alors que les MEB modernes donnent la possibilité d'imager les surfaces des objets (topographie, contraste chimique) avec des grossissements pouvant aller jusqu'à $\times 1\,000\,000$. La différence fondamentale entre ces deux instruments réside dans la source du rayonnement émis : lumière naturelle dans le cas du MO, électrons dans le cas du MEB. Le MEB 7001F-TTLS analytique permet d'observer des structures de taille allant de quelques millimètres jusqu'au nanomètre, soit une résolution mille fois supérieure à celle d'un MO.

Pour l'analyse fine de la composition chimique des matériaux

Le 7001F-TTLS de l'Institut Pprime offre également la possibilité d'analyser quantitativement les matériaux observés. Il permet de détecter des quantités importantes d'éléments, mais aussi des traces (quelques dizaines de ppm). C'est donc un outil d'identification complète des matériaux qui rend possible le couplage en temps réel imagerie + analyse quantitative haute résolution.

II. Eléments techniques



Le 7001F-TTLS analytique (fig. 1) est muni d'un canon à électrons à émission de champ (FEG) pouvant fonctionner entre 30 kV et 100 V avec une résolution de 1.2 nm à 30 kV pour les électrons secondaires (imagerie topographique).

Un détecteur d'électrons rétrodiffusés pour l'imagerie topographique ou chimique est également disponible.

Ce MEB est pourvu d'un détecteur EDS (spectrométrie de rayons X par dispersion d'énergie) pour la quantification d'éléments semi-lourds et lourds ($11 \leq Z \leq 92$), et d'un détecteur WDS (spectrométrie de rayons X par dispersion de longueur d'onde) pour la quantification d'éléments légers ($5 \leq Z \leq 11$).

Des courants de sonde pouvant aller jusqu'à 400 nA sont accessibles pour l'analyse de traces d'éléments par WDS. Les matériaux isolants peuvent être imagés à l'aide d'un détecteur sélectif d'électrons pour les basses tensions.

Figure 1. Le MEB analytique JEOL 7001F-TTLS.

III. Exemples d'application du MEB 7001F-TTLS – Potentialités de la technique

Observation et analyses de structures macroscopiques ou microscopiques dans divers domaines: aéronautique, mécanique, optique, électronique, acoustique.

Exemple 1

Multicouches nanométriques molybdène-silicium utilisées comme miroirs pour les rayons X et dans l'acoustique haute fréquence.

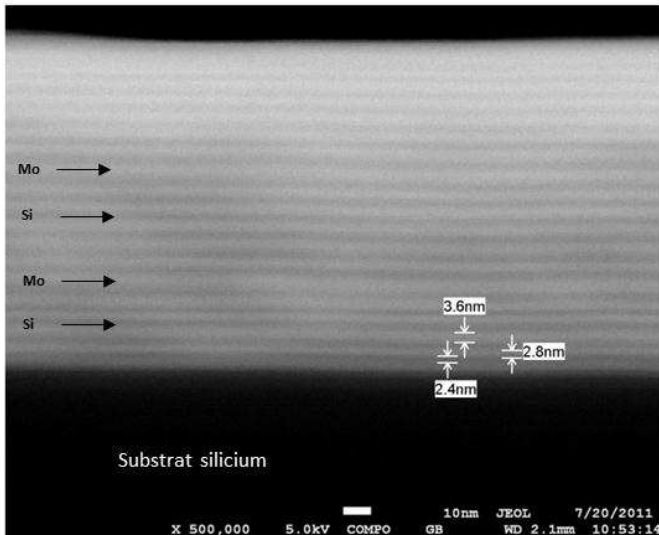


Figure 2. Coupe transversale de multicouches molybdène-silicium imagées par contraste chimique d'électrons rétrodiffusés.

Cette image témoigne du grossissement et de la résolution de l'appareillage : possibilité d'étudier des objets de taille nanométrique.

Exemple 2

Revêtement de nitrure de zirconium utilisé comme matériau dur et réfractaire dans le domaine des outils de coupe pour l'usinage.

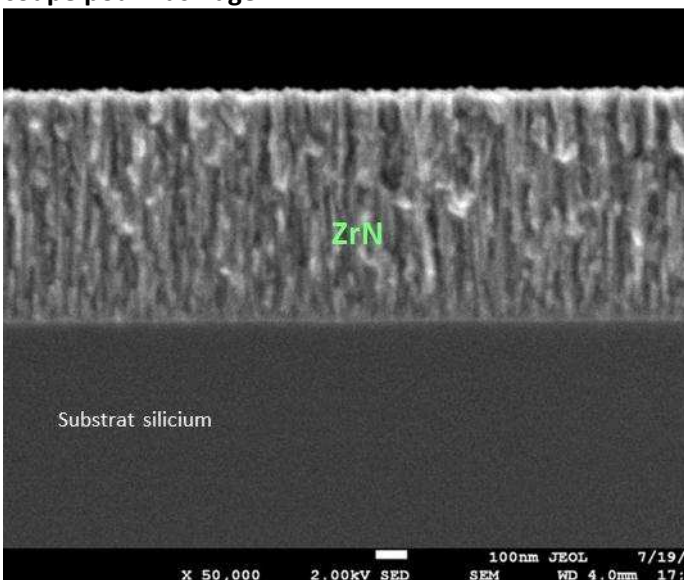


Figure 3. Coupe transversale d'un film de nitrure de zirconium (ZrN) sur substrat de silicium

Cette image topographique met en évidence la microstructure du film et notamment la croissance colonnaire (colonnes de taille nanométrique) révélée par imagerie en électrons secondaires.

Exemple 3

Défauts de surface sur des piliers céramiques déformés par compression.

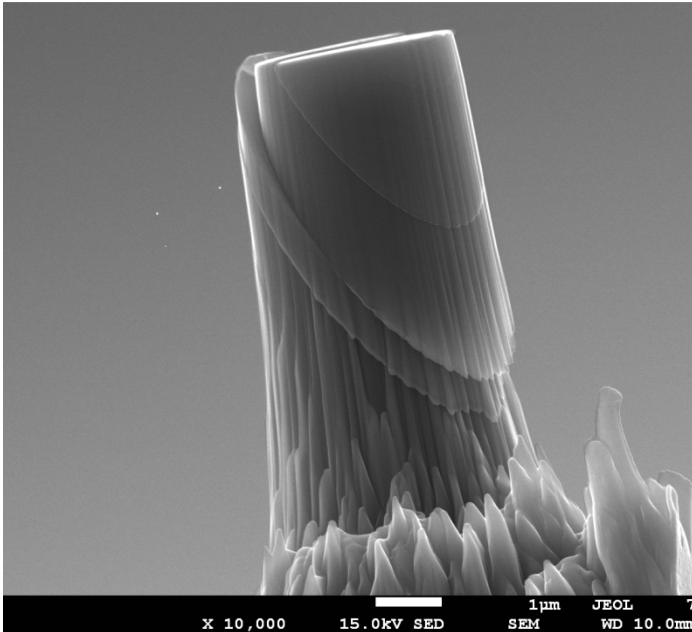


Figure 4. Pilier d'un composé Ti_2AlN déformé par compression mécanique.

L'image, réalisée par détection d'électrons secondaires, montre des lignes de glissement due à l'émergence de défauts ainsi que la rugosité de surface.

Exemple 4

Analyse chimique de précipités dans un matériau composite.

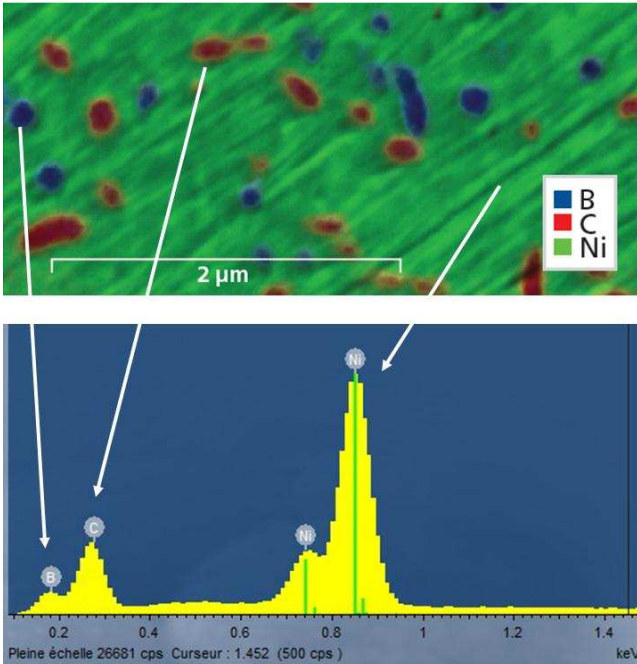


Figure 5. Cartographie chimique et analyse (EDS) d'un matériau constitué de nickel à dispersoïdes de bore et de carbone.

La cartographie chimique met en évidence l'existence de précipités nanométriques et l'analyse EDS renseigne sur la nature chimique de ces précipités.

IV. Formation d'utilisateurs experts

Des ingénieurs, techniciens, doctorants, chercheurs et enseignants-chercheurs d'établissements publics ou privés scientifiques et technologiques ou d'institutions internationales peuvent suivre une formation en imagerie et/ou en analyse pour piloter l'équipement dans le cadre de projets de recherche ou en vue de l'optimisation des performances des matériaux.