

Solutions non-commerciales pour tomographie de nano-matériaux en microscopie électronique par transmission en mode 'STEM'

Samir Benlekbir^{*,a}, Thierry Epicier^a, Hosni Idrissi^{a,b}

^aLaboratoire MATEIS, umr CNRS 5510, INSA de Lyon, 20 Av. Albert Einstein, 69621 Villeurbanne Cedex
^bLSPES, umr CNRS 8008, Université des Sciences et Technologies de Lille, Bât. C6, 59655 Villeneuve d'Ascq

Résumé - La tomographie en microscopie électronique par transmission (MET) s'avère aujourd'hui être un outil précieux d'analyse des nano-objets en 3D, et ce grâce notamment au mode d'imagerie balayage en Champ Sombre Annulaire (STEM HAADF), insensible aux effets d'orientation cristalline (qui permet donc d'observer un objet sous différents angles de vue sans artefact de contraste). Nous présentons les développements effectués au laboratoire sur un microscope électronique en transmission équipée d'une pièce polaire à faible 'gap' *a priori* inadaptée à l'enregistrement de séries d'images dans un large domaine angulaire, afin de l'adapter à acquérir une série optimale de tomographie, d'une manière semi automatique (c'est-à-dire avec un pilotage informatique extérieur).

1. Introduction

Une expérience de tomographie par 'série tiltée' en MET se déroule en 4 étapes : (i) préparation adéquate de l'échantillon (compte-tenu des contraintes géométriques imposées par la large gamme d'inclinaison nécessaire), (ii) l'enregistrement d'une centaine d'images en projections sous différents angles d'observation, (iii) la reconstruction du 'tomogramme' avec des algorithmes dédiés [1], et (iv) l'exploitation et la caractérisation du volume à l'aide de logiciels de visualisation et de dépouillement. Durant la phase d'acquisition, des corrections optiques et mécaniques sont effectuées, afin d'améliorer le contraste et la netteté des images, et de rattraper les décalages entre images successives, et/ou la dérive de l'échantillon. Les deux premières phases sont celles où les aspects techniques deviennent rapidement rédhibitoires : d'une part il faut effectivement pouvoir incliner l'objet sur un intervalle angulaire d'au moins 120° (sur un simple 'tilt') pour espérer une reconstruction raisonnable, d'autre part il faut optimiser le temps de l'expérience, sachant que les divers réglages et corrections à effectuer d'une prise de vue à l'autre conduisent à des temps d'exposition au faisceau électronique de plusieurs heures.

2. Inclinaison du porte-objet

Nous avons entrepris un travail en tomographie sur un microscope JEOL 2010F, équipé d'une pièce polaire 'ultra-haute résolution' limitant l'inclinaison de l'échantillon à environ +/-20° à l'aide des porte-objets 'standards'. Pour cet instrument, le porte-objet fourni par le constructeur possède un embout amovible qui est la partie la plus limitante de la latitude d'inclinaison : en modifiant très simplement cet embout, il est très simple d'atteindre des angles d'inclinaisons très larges (cf. figure 1), allant jusqu'à +/-85°.



Figure 1. Illustration de la latitude d'inclinaisons du porte-objet modifié sur le 2010F : de gauche à droite, 'tilts' de -81, 0 et +75°.

3. Pilotage et spécificités du STEM

Pour la phase d'acquisition des images, nous avons développé un script sous Digital Micrograph (DM, © Gatan) qui permet, au travers d'une interface graphique (cf. figure 2), de piloter une grande partie de l'enregistrement des images et de leurs réglages. La communication avec le microscope se fait, à l'instar de nombreux logiciels précédemment proposés dans la littérature [3], au travers de la liaison RS232 du microscope.

* Auteur à contacter : samir.benlekbir@insa-lyon.fr – Tel : 04 72 43 70 33

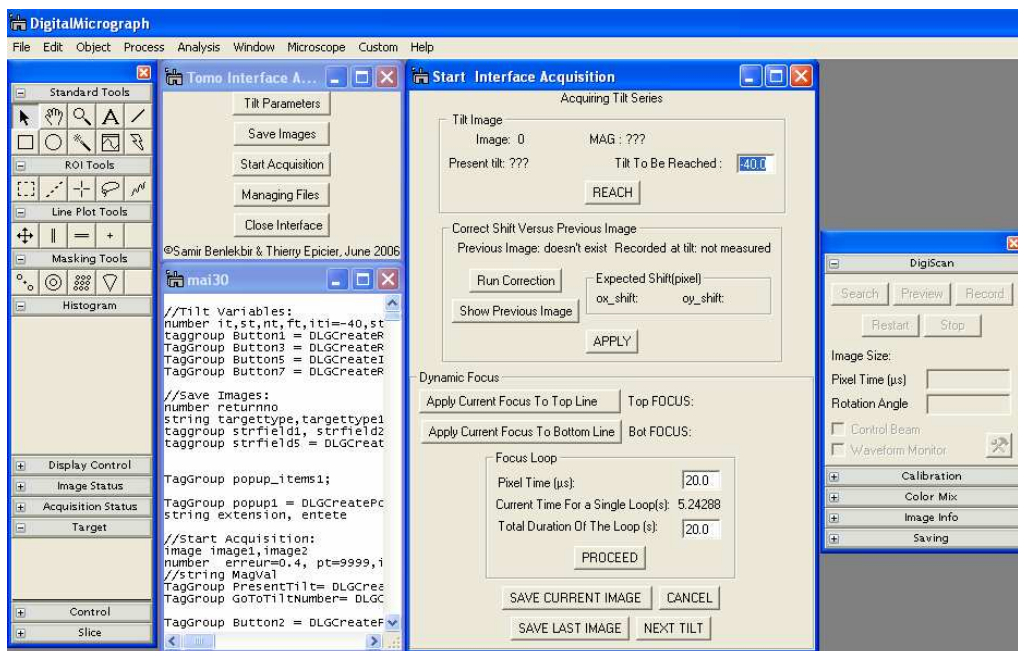


Figure 2. Interface graphique associée au script DM de pilotage du 2010F en mode 'tomographie'.

Un des points les plus importants de ce pilotage conserve un des inconvénients majeurs de l'imagerie HAADF, à savoir la faible profondeur de champ qui peut rendre inutilisable toute image d'un objet très incliné, du fait de l'incapacité d'avoir le 'haut' et le 'bas' du champ de vue au même focus simultanément (cf. figure 3). Nous avons ainsi développé une routine de mise au focus 'dynamique' pendant l'acquisition STEM.

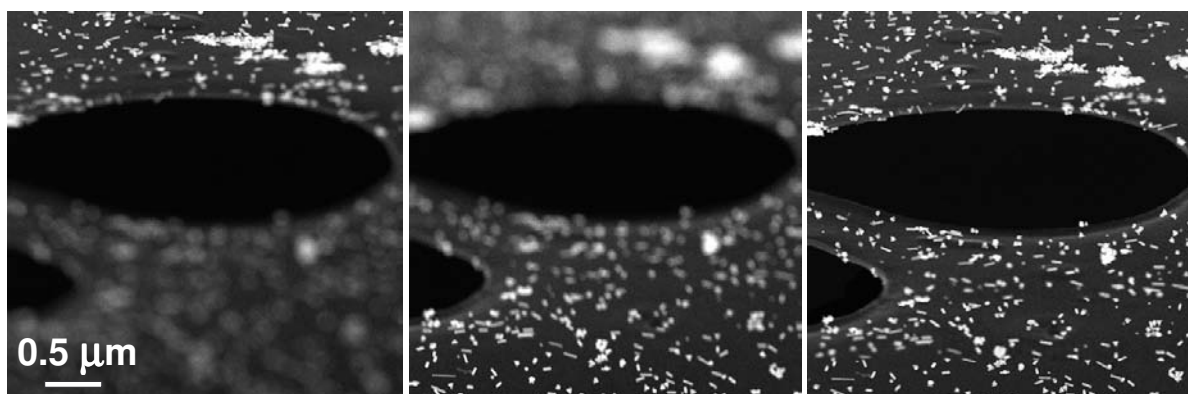


Figure 3. Micrographies à faible grandissement d'un film de carbone à trous recouvert de nano-particules, et incliné de 73°(l'axe de tilt est horizontal). De gauche à droite : mise au focus manuelle en 'haut' de l'image, en 'bas' de l'image, et mise au focus 'dynamique' en cours d'acquisition.

4. Conclusion

La tomographie en microscopie électronique en transmission est un outil de caractérisation en 3D à l'échelle nanométrique, qui peut servir d'une part à l'étude détaillée d'objets individuels (par exemple, morphologie de nano-particules complexes) ou de populations d'objets (i.e. analyse statistique de distribution et répartition volumiques). Ce type d'applications sera démontrée dans d'autres contributions à ce colloque.

5. Références

- [1] S. Marco, T. Boudier, C. Messaoudi, and J.-L. Rigaud, Electron Tomography of Biological Samples, *Biochemistry (Moscow)* **69** 11 (2004) 1219- 1225.
- [2] P.A. Midgley, M. Weyland, 3D electron microscopy in the physical sciences : the development of Z-contrast and EFTEM tomography, *Ultramicroscopy*, **96**, (2003), 413- 431.
- [3] D.R.G. Mitchell, B. Schaffer, Scripting-customised microscopy tools for Digital Micrograph, *Ultramicroscopy* **103** (2005) 319- 332 ; Michel Ribardières et Bernard Pantel d'une part (JEOL Europe SA), Bernd Krauss et Rudi Rodemeier (Gatan GmbH) d'autre part, sont remerciés pour leurs précieux conseils en matière de programmation de scripts.