

Imagerie tridimensionnelle en microscopie électronique à balayage à pression contrôlée

Pijarn Jornsano^{a,*}, Gilbert Thollet^a, Karine Masenelli-Varlot^a, Catherine Gauthier^a

^a MATEIS UMR 5510, INSA-Lyon, 7 avenue Jean Capelle, 69621 Villeurbanne

Résumé – Un contraste de type masse-épaisseur peut être obtenu en mode transmission dans un microscope électronique à balayage (MEB) à pression contrôlée. Ceci offre une possibilité de développer la tomographie électronique en MEB qui, tenant compte l'échelle d'observation, propose un volume d'analyse plus important par rapport à la tomographie électronique en microscopie électronique à transmission (MET). Un composite à base PVC a été étudié par la tomographie en MEB. Une visualisation tridimensionnelle (3D) montre la dispersion des charges minérales de taille micronique et des modifiants choc de taille inférieure à 100 nm dans la matrice. Les mousses ont été également étudiées. La structure 3D des cellules a été observée en mode transmission combinée avec une rotation 360°

1. Introduction

Le progrès de la tomographie offre, aujourd'hui, un moyen puissant d'imagerie et d'analyse pour la caractérisation de structures tridimensionnelles que ce soit dans la recherche en biologie ou en science des matériaux. La tomographie au rayon X permet d'analyser un volume de quelques mm³ jusqu'à quelques cm³ avec une limite de résolution d'environ un micron. La tomographie électronique en microscopie électronique à transmission (MET), quant à elle, permet d'atteindre une résolution autour d'un nanotmètre, malgré des images manquantes (tilt limité dans le MET). Par contre, l'échelle d'observation en MET limite la taille de volume à analyser (cube de côté au mieux quelques centaines de nanomètres). Le but de ce papier est de décrire une nouvelle technique d'imagerie tridimensionnelle (3D) basée sur le MEB. Cette technique offre une vision 3D à une échelle intermédiaire entre la tomographie X et la tomographie électronique en MET.

2. Développement de la tomographie en MEB à pression contrôlée

Un dispositif « Tomo-STEM » [1] a été conçu pour développer la tomographie dans un MEB à pression contrôlée. Un contraste de type masse-épaisseur, approprié à la tomographie, peut être obtenu en plaçant un détecteur à deux secteurs semi-annulaires sous l'échantillon pour collecter des électrons diffusés aux grands angles. Ces angles de collection peuvent être choisis en faisant varier la distance entre l'échantillon et le détecteur. Cette configuration d'imagerie en mode transmission dans un MEB, utilisée dans [2], permet d'accéder à des informations en volume à travers d'une épaisseur importante avec un bon contraste.

Le système est utilisé en mode « low-vacuum » dans un microscope électronique à balayage à pression contrôlée, ce qui permet d'étudier des échantillons non conducteurs sans métallisation. D'autres détecteurs classiques sont également disponibles pour observer, entre autres, la surface des échantillons en mode électrons secondaires. Par ailleurs, le porte-objet a été conçu pour une rotation complète 360° des échantillons dans la chambre du microscope. Ce dispositif permet, d'une part, de résoudre le problème du cône manquant de la tomographie électronique en microscopie électronique à transmission et, d'autre part, d'ouvrir des nouvelles perspectives pour l'imagerie de type topographique 3D.

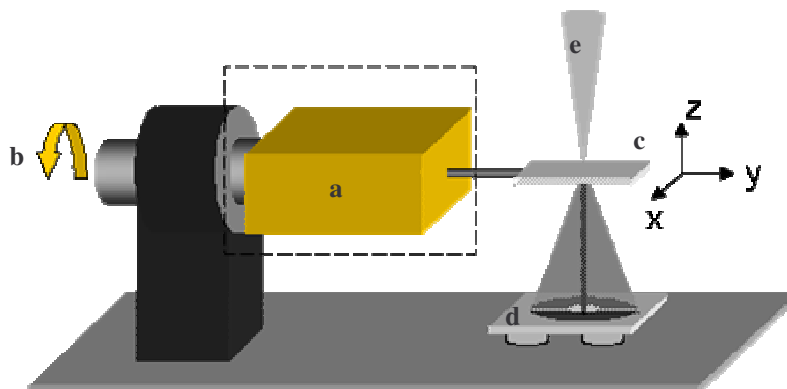


Figure 1 – Schéma du dispositif « Tomo-STEM » : a) système de réglage de l'eucentrique ; b) génération de rotation de 360° ; c) échantillon ; d) détecteur à deux secteurs semi-annulaires, e) faisceau d'électrons incidents

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

3. Résultats

Parmi les matériaux étudiés, on présentera un exemple d'un composite à base PVC. Le compromis entre la résolution et l'échelle d'observation de la technique permet la reconstruction 3D montrant, dans la figure 2, à la fois comment des charges microniques et des modifiants choc de taille inférieure à 100 nm sont dispersés dans la matrice PVC. Dans ces conditions expérimentales, le volume reconstruit est de $5 \times 5 \times 2 \mu\text{m}^3$ et la résolution spatiale est inférieure à 40 nm. Des observations de mousses seront également présentées. Des parties sombres de la figure 3 correspondent à des zones épaisses de l'échantillon, que les électrons ne peuvent pas traverser. Malgré ce type de contraste non approprié à la reconstruction tomographique, la rotation 360° de l'échantillon permet d'observer la finesse des parois et la structure des cellules.

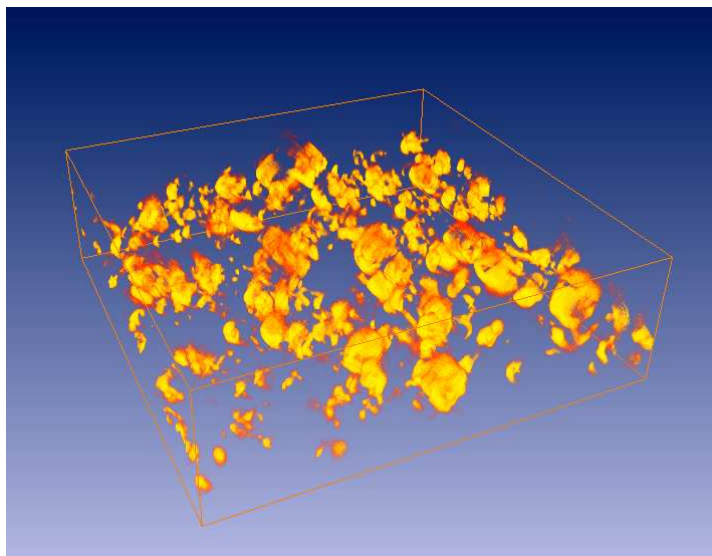


Figure 2 – Visualisation 3D de la dispersion des charges minérales et des modifiants choc dans une matrice PVC. (Volume reconstruit : $5 \times 5 \times 2 \mu\text{m}^3$)

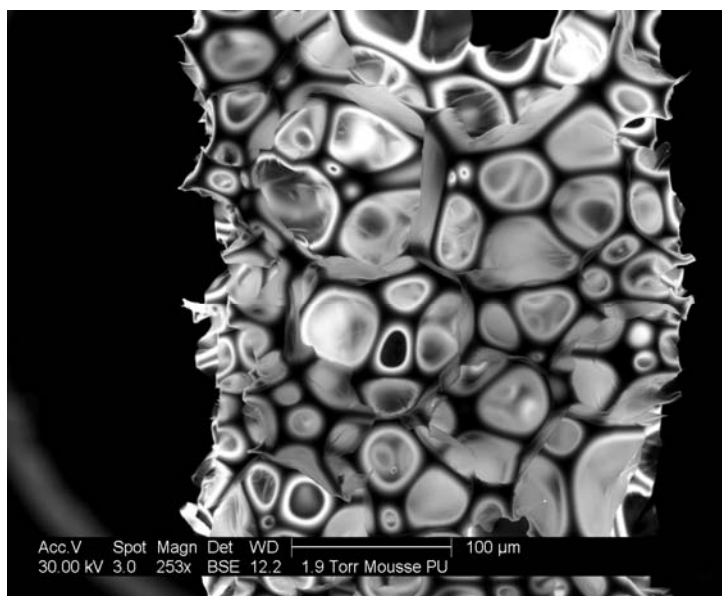


Figure 3 – Image en mode transmission d'une mousse polyuréthane présentant à la fois des zones minces (parties claires) et des zones épaisses (parties sombres).

4. Références

- [1] P. Jornsano, G. Thollet, K. Masenelli-Varlot, C. Gauthier, FR Patent 06-09-708, (2006)
- [2] A Bogner, G. Thollet, D. Basset, P.-H. Jouneau, C. Gauthier, *Wet STEM: A new development in environmental SEM for imaging nano-objects included in a liquid phase*, *Ultramicroscopy*, **104**, (2005), 290-301