

Comparaison et optimisation de techniques d'observations microstructurales à l'aide d'échantillons tests non conducteurs

Par ordre alphabétique

I. Anselme-Bertrand (CMES, UJM), **F. Beauchesne Simonet*** (IRCELYON, UMR5256), **B. Beaugiraud** (LTDS, UMR5513), **B. Burdin** (CT μ , UCBL), **A. Descamps** (CLAMS), **S. Descartes** (LaMCoS, UMR5259), **D. Dupeyre** (CERMAV, UPR5301), **P. Jouffrey** (PECM, UMR5146), **S. Peyrol** (CeCIL, UCBL), **I. Pignot-Paintrand** (CERMAV, UPR5301), **F. Roussel** (CMTIC, INPG), **G. Thollet** (MATEIS, UMR5510)

<http://recamia.rhone-alpes.cnrs.fr/>

1. Présentation de RéCaMiA (Réseau CNRS) :

Le Réseau des moyens de Caractérisation par Microscopies et Analyses couplées (RéCaMiA) regroupe, sur la base du volontariat, 25 laboratoires de recherche de la Région Rhône-Alpes. Ainsi les laboratoires du réseau, issus de cultures scientifiques très variées (biologie, chimie, géologie, matériaux et tribologie) ont à leur disposition une palette exceptionnelle d'outils de caractérisation : des microscopes électroniques à balayage (MEB) pour des observations sous vide ou en pression contrôlée, avec canon à filament de tungstène ou à effet de champ ; des microscopes électroniques en transmission (MET) conventionnels ou à haute résolution, avec canon à filament de tungstène, à pointe LaB6 ou à effet de champ ; des microscopes à sondes locales (AFM) travaillant en différents modes (contact intermittent, contact, non-contact) avec plusieurs extensions (électriques, sous atmosphère contrôlée, ...) ; un microscope confocal à balayage laser permettant, à une échelle différente des microscopies électroniques, de faire de la reconstruction en 3D si les échantillons s'y prêtent.

2. Les objectifs du projet

Le projet de RéCaMiA est parti du constat que l'observation d'objets non-conducteurs est commune à tous les laboratoires et suscite de nombreux questionnements (procédures, artefacts, évolution des microscopes et des outils de métallisation...). En effet, la caractérisation de ce type d'échantillons nécessite d'avoir recours à des techniques de préparations et d'observations différentes : observation "directe" (basse tension sous vide, pression contrôlée ou AFM) et observation dite "indirecte" à cause du dépôt d'une très fine couche de matériau conducteur sur l'échantillon. Dans ce dernier cas d'autres facteurs, tels que la nature et l'épaisseur du dépôt, ou la méthode de dépôt (sous vide primaire ou secondaire, sublimation par effet Joule, "sputtering", canon à électrons) utilisée interviennent.

Neuf laboratoires de RéCaMiA ont mis alors en commun leurs compétences et leurs outils de caractérisation pour étudier des échantillons non conducteurs. Seulement une partie du projet est présentée ici et traite de l'observation, de l'analyse et de l'interprétation d'images obtenues sur une membrane de filtration en polymère (polyéthylène) (fig. 1a). Cet échantillon présente a priori peu de topographie et des nanopores traversant ou non son épaisseur.

3. Résultats

L'échantillon a été observé à plat (en surface) et en coupe transversale (ultramicrotomie).

Une sélection des images les plus pertinentes parmi plus de 500 images réalisées a été faite pour aboutir à la synthèse des résultats. Quelques critères communs de mode opératoire ont aussi été retenus dans la mesure du possible : les grossissements lors de la prise des images (2000, 20 000, 50 000, 100 000), les tensions d'accélération (5kV, 15 kV, 30kV) dans le cas des échantillons avec un dépôt conducteur en surface.

Chaque image sélectionnée a été notée selon l'information recherchée. Dans le cas de la membrane trois informations sont recherchées : la topographie de surface, taille des pores, pores débouchants ou non.

Les images des figures 1, 2 et 3 mettent en évidence les différentes informations obtenues selon l'outil de caractérisation, le mode choisi, le détecteur d'électrons utilisé, le dépôt conducteur utilisé. Selon les techniques de préparation et d'observations les interprétations s'avèrent parfois délicates. Il faut notamment interpréter les contrastes en MEB. Par exemple, la figure 1b représente une image de la membrane prise à l'aide d'un ESEM-FEG, en mode pression contrôlée ; il semblerait que les porosités débouchantes soient vues en noir et que celles situées sous la surface soient vues en gris clair. Une image a été faite à la même échelle en AFM mode "contact intermittent" (figure 2). Dans ce cas, les porosités de surface sont effectivement visibles et l'hypothèse des porosités débouchantes en noir de la fig 1b est confortée.

Dans le cas d'un dépôt conducteur est-ce la topographie de surface de la membrane qui est observée ou celle du dépôt ?

* Auteur à contacter : france.simonet@ircelyon.univ-lyon1.fr

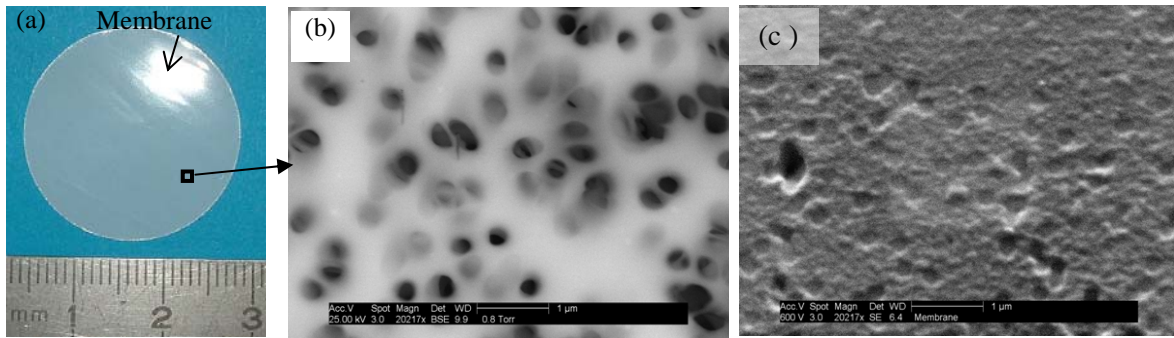


Figure 1 - Membrane sans dépôt conducteur, (a) vue macroscopique - Images en MEB (b) avec détecteur BSE en mode "pression contrôlée", (c) détecteur SE basse tension 0,6kV

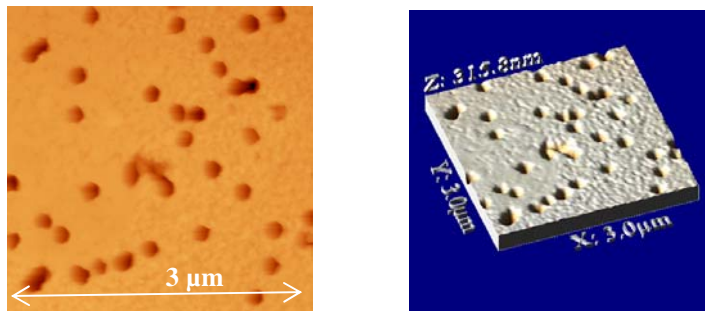


Figure 2 - Membrane vue par AFM (a) en 2D, (b) en 3D inversée (ces images permettent de voir la forme conique des pores (en profondeur))

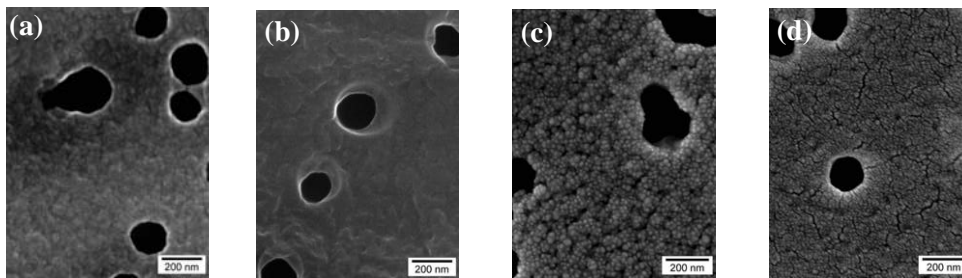


Figure 3 - Membrane observée au MEB avec différents dépôts conducteurs, (a) platine, (b) carbone, (c) or, (d) or-paladium – mêmes conditions opératoires par ailleurs.

Cette synthèse a permis d'imaginer et de créer une échelle qualitative qui regroupe les notations dans un tableau pour un échantillon donné et pour chaque information retenue. Il apparaît clairement que le type d'information recherchée détermine le choix de la technique ; pour une même technique le choix du détecteur, des conditions d'analyses donnera une information plutôt qu'une autre. Ainsi il n'y a pas de conditions optimales générales. Chaque paramètre expérimental (tension, grandissement...) est important en fonction des critères que l'on cherche à visualiser (ici topographie ou porosité).

4. Perspectives

La démarche est en cours sur deux autres types d'échantillons non conducteur :

- un qui présente à priori peu de topographie et permet une caractérisation en contraste chimique.
- un qui présente pour leur part une forte topographie de surface à différents niveaux d'échelles.

A terme, ce projet devrait permettre d'optimiser les techniques de préparation et de caractérisation des objets non conducteurs. Mais également de donner des critères de choix pour de meilleures conditions d'observation.