



Images et Microscopies :

Microscope optique

Microscope électronique à balayage

Master 2, 2020-2021

Vendredi 02 Octobre 2020

S. Caré, Laboratoire Navier, Champs sur Marne
sabine.care@univ-eiffel.fr

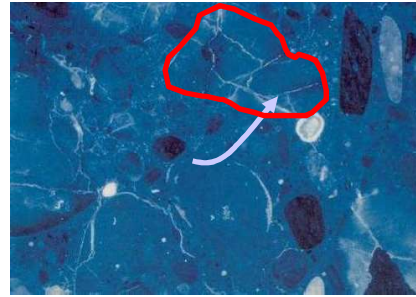
école
normale
supérieure
paris-saclay

Plan du cours


S. Caré

- 1) Introduction : « de l'œil à l'image numérique »
Principales classes de microscopie
- 2) Préparation des échantillons
- 3) Microscopie optique
- 4) Microscopie électronique + analytique
- 5) Vers une analyse plus quantitative
- 6) Annexes

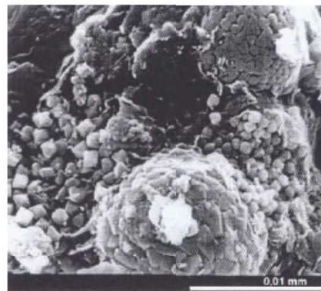
Bétons : Alkali-réaction



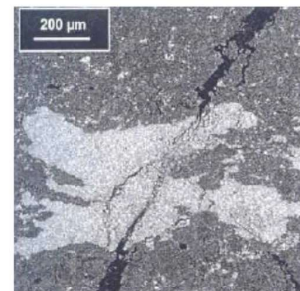
Les produits d'alkali-réaction se retrouvent dans les fissures et les pores de la pâte de ciment ou bien autour, voire dans les granulats



Roches argileuses Et argiles



a)



b)

Figure 2.7 : a) Glomérule de pyrite sous forme fromboïdale (Wright 2001) ;
b) Agrégat de fromboïdes de pyrite traversé par une fissure (Fabre 2005).

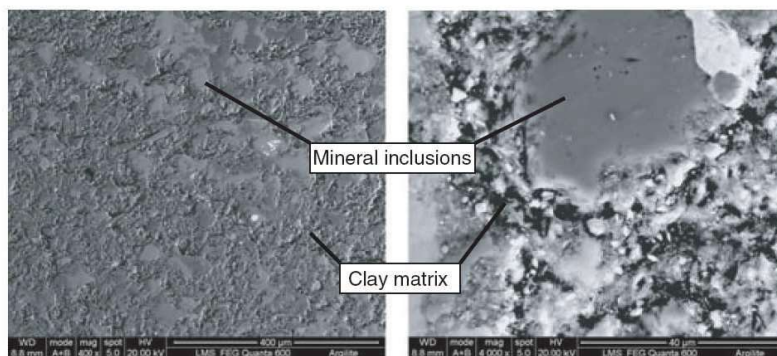


Figure 1: SEM micrographs at two magnifications of dry polished surface of indurated argillaceous rock; FEG ESEM FEI Quanta 600, backscattered electrons images, low vacuum mode. Calcite (CaCO_3) and quartz (SiO_2) grains appear in light and dark grey, respectively, white inclusions are pyrite framboids (FeS_2). Fine structure of the clay matrix is seen in the higher resolution image (right)

Dictionnaire

- Microscopie : Étude de petits objets à l'aide d'un microscope
- Microscope : Un instrument utilisé pour obtenir une image agrandie de petits objets et pour révéler des détails de structures non visibles à l'œil

Premiers Microscopes

- Zacharias Janssen : microscope composé (1590)
- Galileo Galilei : occholino (1609)
- Robert Hooke : « Micrographia » (1665)
-
- MET : à transmission (les années 1940)
- MEB : à balayage (les années 1960)



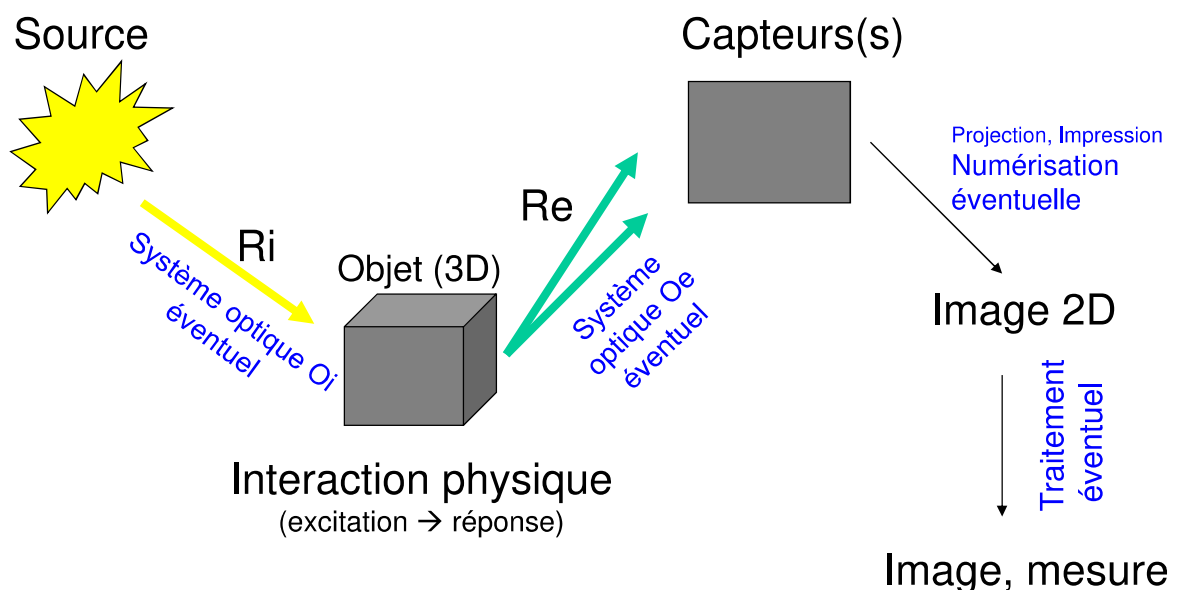
R. Hooke, Micrographia (1665)

Un microscope c'est :

- Une source de « lumière »
- Une illumination (lentilles, diaphragmes)
- Un échantillon (et un goniomètre)
- Une optique de grandissement
- Un détecteur, un œil, une plaque photo....

5

Les principaux éléments d'un système de microscopie

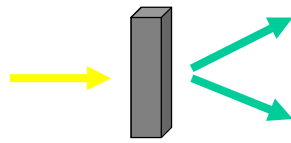


Ri : Rayonnement incident (photons visibles ou X, électrons.....)

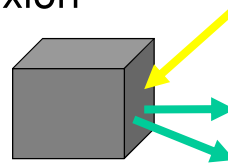
Re : Rayonnement(s) émis (de même nature que Ri ou pas)

6

- Photonique ou électronique (ou ionique, neutronique...)
- En transmission ou en réflexion

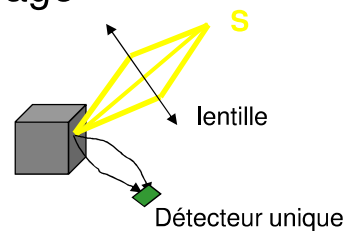
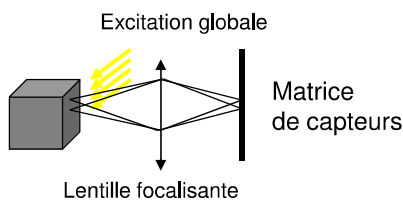


(lame mince)



(Analyse quasi-surfacique)

- Classique (globale) ou à balayage



- En champ proche (nécessairement à balayage)
Source et capteur ponctuels et confondus
Pas de rayonnement en jeu

7

Liste des principales techniques (non exhaustive)

Optique :

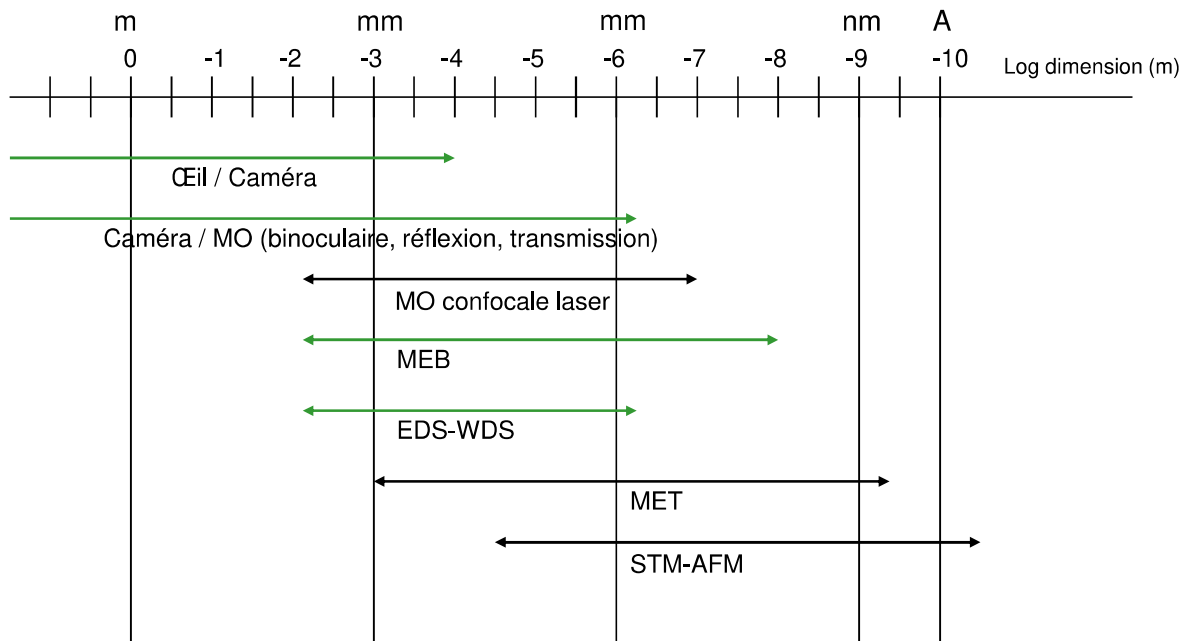
MO-OM : Microscopie optique (transmission ou réflexion, en lumière polarisée)
Microscopie confocale à balayage (laser)

Electronique :

MEB-SEM : microscopie électronique à balayage (en réflexion)
MET-TEM : microscopie électronique en transmission
METB-STEM : microscopie électronique en transmission (à balayage)
EDS : Energy Dispersive X-ray Spectrometry
WDS : Wavelength Dispersive X-ray Spectrometry

Champs proche :

AFM : Microscope à force atomique
STM : Scanning Tunneling Microscopy



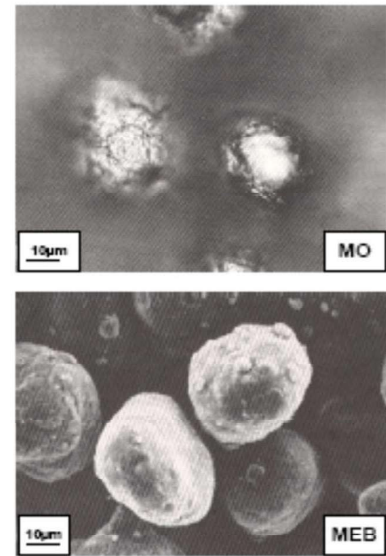
Complémentarité des outils – Balayer toutes les échelles

Observer du plus faible grossissement / grandissement au plus grand⁹

Les caractéristiques des microscopes

- Mise au point : Réglage de la netteté de l'image pour une distance donnée.
- Champs de vision : Dimension de l'objet « visible »
- Grandissement : $G = \text{taille de l'objet} / \text{taille de l'image (I'/I)}$
Grossissement $G = \alpha' / \alpha$
- Distance de travail : Distance entre l'objectif et l'objet
- Profondeur de champs :
C'est la distance sur laquelle la qualité de l'image est conservée
Elle est fonction : - de la longueur d'onde de la radiation servant à l'observation
- des caractéristiques de l'optique utilisée
- Résolution (pouvoir séparateur) : La résolution ou pouvoir séparateur est la distance de séparation en dessous de laquelle deux objets semblent confondus.
Elle est fonction : - de la longueur d'onde de la radiation servant à l'observation
- des caractéristiques de l'optique utilisée

- Source « lumineuse »
 - MO : $\lambda=2000\text{\AA}$, photons
 - MEB : $\lambda=2\text{\AA}$, électrons
- Lentilles optiques /électromagnétiques
- Grossissement / Grandissement :
 - MO : jusqu'à x 1000
 - MEB : x 30 à x 50 000
- La profondeur de champ est meilleure pour des observations morphologiques avec le MEB qu'avec le MO
- La résolution :
 - MO : 0,1-1 μm
 - MEB : 0,001 μm (Résolution théorique du MEB: Appro. $0.2\text{\AA} \ll$ taille d'un atome)



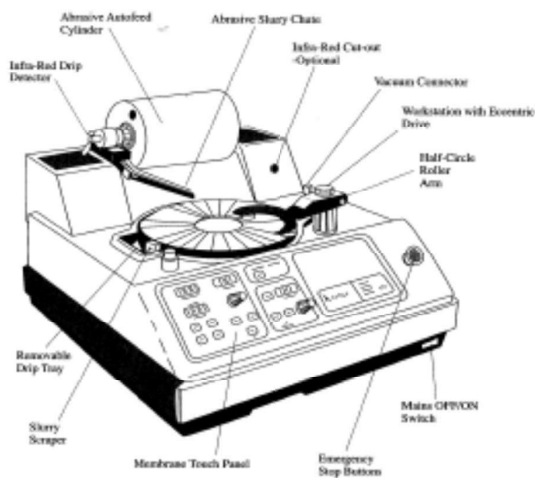
Profondeur de champ en microscopie

11

Plan du cours

- 1) Introduction : « de l'œil à l'image numérique »
Principales classes de microscopie
- 2) Préparation des échantillons
- 3) Microscopie optique
- 4) Microscopie électronique + analytique
- 5) Vers une analyse plus quantitative
- 6) Annexes

12



Appareil pour faire des sections polies

Microscopie Optique :

→ Prélèvement (représentativité !)

- Sections polies (réflexion)
- Lames mince (30µm) (transmission)

→ Préparation :

- Tronçonnage
- (Imprégnation résine)
- Polissage sous eau ou alcool

Microscopie Électronique à Balayage :

→ Prélèvement (représentativité !)

- Fracture
- Sections polies

→ Préparation :

- Séchage (MEB classique)
- métallisation or ou carbone
- (Imprégnation résine)
- Polissage (sections polies)

13

Enrobage

L'objectif de l'enrobage est de protéger les matériaux fragiles ou revêtus pendant le processus de préparation et d'obtenir une parfaite netteté des bords. L'enrobage est utilisé lorsqu'une protection des couches est requise. Il permet également une manipulation plus sûre et plus pratique par exemple pour les échantillons de petite taille, coupants ou de forme irrégulière.



1/ Nettoyer l'échantillon. L'échantillon doit être nettoyé avant d'être enrobé afin d'améliorer l'adhérence entre la résine d'enrobage et l'échantillon. Utiliser de l'acétone ou au moins de l'alcool. Le nettoyage dans un bac à ultrasons pourrait s'avérer nécessaire. **Ne pas oublier de sécher l'échantillon.** Le nettoyage des échantillons doit se faire en portant des gants ou à l'aide d'une pince

2/ Ajuster la taille de l'échantillon à celle du moule d'enrobage.

Métallisation :

- Nécessaire pour éviter les phénomènes d'accumulation de charges

- Les meilleures conditions pour effectuer une analyse XEDS (semi)quantitative sont :

- un échantillon plan

l'intensité des photons X détectés peut être faussée par des phénomènes d'absorption variables

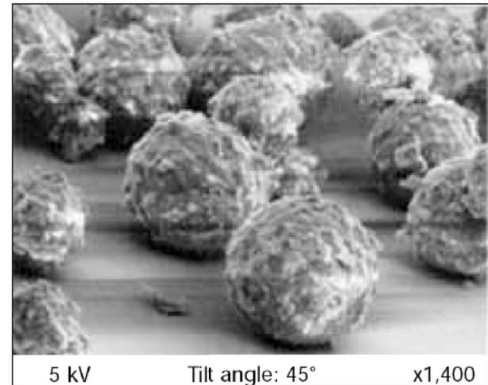
! nécessité de polir l'échantillon (poli miroir)

- un échantillon conducteur

! nécessité de métalliser la surface si besoin est

- un échantillon homogène

on n'y peut pas toujours grand chose



Préparation des échantillons : étape essentielle !

Métallisation au carbone

Principe :

Un filament de carbone est vaporisé par passage d'un courant

→ Evaporation sous haut vide

Inconvénients :

- le carbone est "projeté",

- des effets d'ombrage sont possibles,

! phénomènes de charge encore possibles

Avantages :

- peu de signal en analyse XEDS (sauf Carbone !!!)

! à choisir pour faire des analyses XEDS



Métallisation à l'or, au platine, platine/or

Principe :

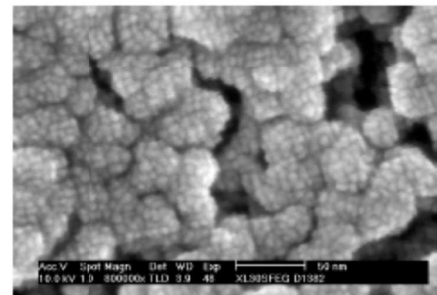
- des ions Ar sont projetés sur une cible Au ou Pt dans une enceinte sous vide secondaire.
 - un nuage d'or remplit l'enceinte et vient se déposer sur l'échantillon
- Pulvérisation cathodique

Avantages :

- tout l'échantillon est recouvert
 - peu/pas d'effet d'ombrage
 - l'épaisseur du dépôt est contrôlable
- ! à choisir pour faire des images "Haute Résolution!"

Inconvénients :

- une couche d'or recouvre tout l'échantillon
 - absorption des photons X émis par l'échantillon
 - présence des pics de l'or (il y en a beaucoup !!!)
- ! à éviter si on veut faire une analyse XEDS

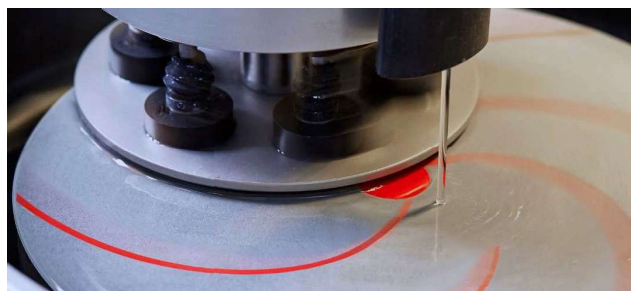


Préparation de sections polies

Préparation mécanique

<http://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Grinding-and-polishing#>

La préparation mécanique est la méthode de préparation la plus courante des échantillons métallographiques en vue d'un examen microscopique. Les exigences spécifiques de la surface préparée sont déterminées par le type d'analyse ou d'examen envisagé. Les échantillons peuvent être préparés jusqu'à l'obtention d'une finition parfaite pour avoir la vraie structure, ou bien, la préparation peut être stoppée lorsque la surface est compatible avec l'examen souhaité. Il y a trois mécanismes d'enlèvement de matière : **le prépolissage, le polissage et le rodage**. Ils se différencient par leur tendance à provoquer des déformations à la surface de l'échantillon.



Abrasif

Le diamant est employé comme abrasif pour réaliser l'enlèvement de matière le plus rapide et la planéité la meilleure possible. Certains matériaux, en particulier ceux qui sont tendres et ductiles, nécessitent un polissage final aux oxydes pour que la qualité soit optimale

Lubrifiant

En fonction du type de matériau et de l'étape de préparation, différents lubrifiants pourront être choisis pour assurer la lubrification et le refroidissement nécessaires.

Préparation mécanique

<http://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Grinding-and-polishing#>



Plan du cours

- 1) Introduction : « de l'œil à l'image numérique »
Principales classes de microscopie
- 2) Préparation des échantillons
- 3) Microscopie optique
- 4) Microscopie électronique + analytique
- 5) Vers une analyse plus quantitative
- 6) Annexes

Le microscope photonique est un système optique utilisant des ondes lumineuses (photons) pour permettre l'obtention d'une image grossie et résolue d'un objet invisible à l'oeil nu.

Il existe 2 grandes techniques qui se différencient par le procédé d'éclairage

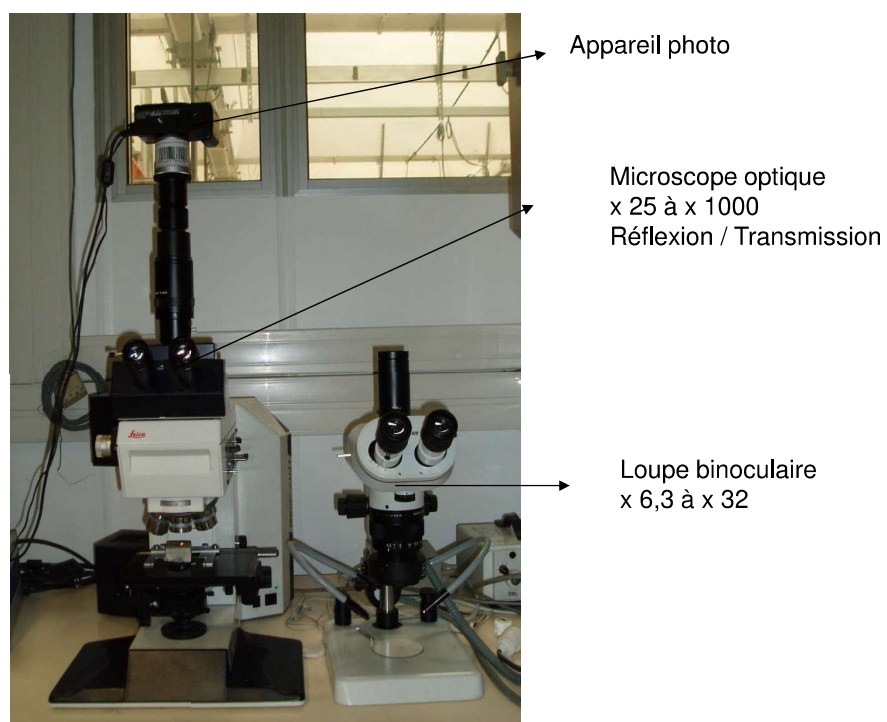
❖ **la microscopie en lumière transmise (diascopie):** La lumière blanche est concentrée sur la préparation disposée sur une lame et la traverse. Nécessite la réalisation de coupes fine à semi fines ($0,8\mu\text{m}$ à $50\mu\text{m}$).-

❖ **la microscopie en lumière réfléchie (épiscopie) :** Adaptée à l'étude des objets opaques. La lumière est renvoyée à 90° sur la préparation en traversant l'objectif, elle se réfléchit sur l'objet et retraverse l'objectif pour former l'image observable.

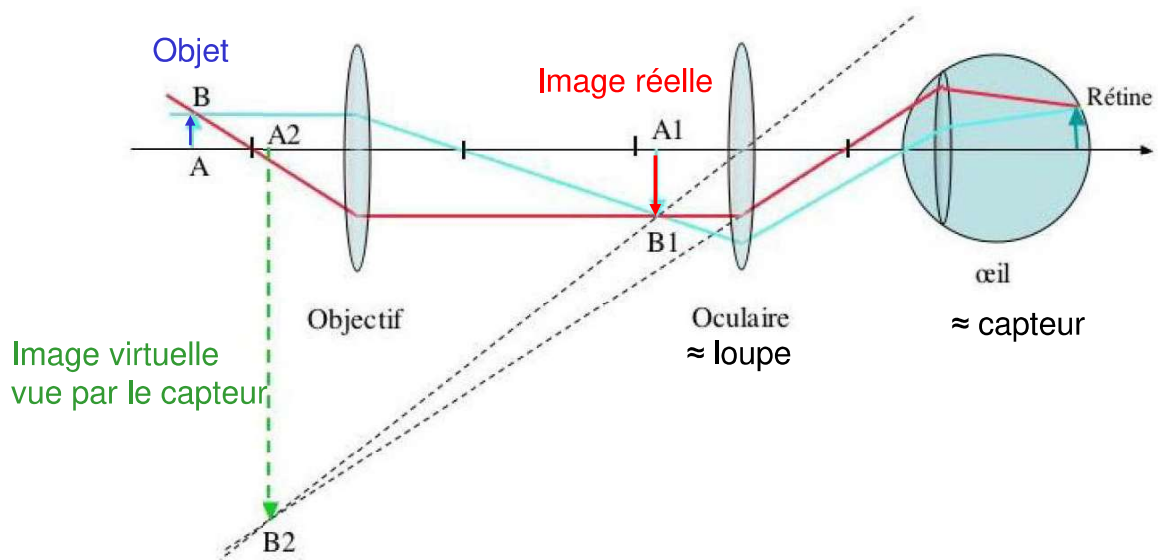
- Intérêt : Pas de préparation de coupe, Observation sur échantillon massif.
- Inconvénient : état de surface important, polissage.

21

Différents types d'appareil



22

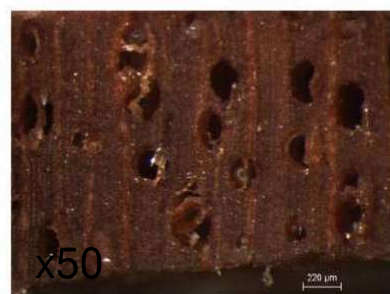
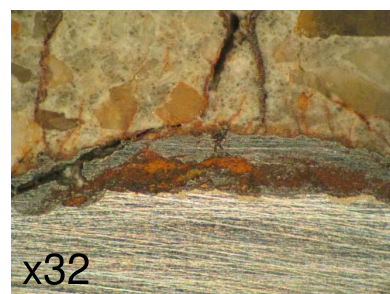
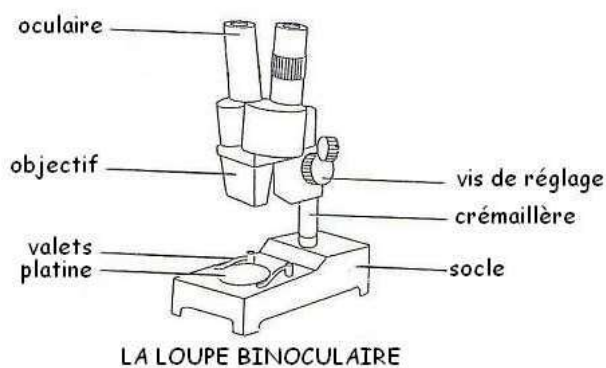


Grossissement = grossissement objectif x grossissement oculaire
Grandissement = taille image / taille objet

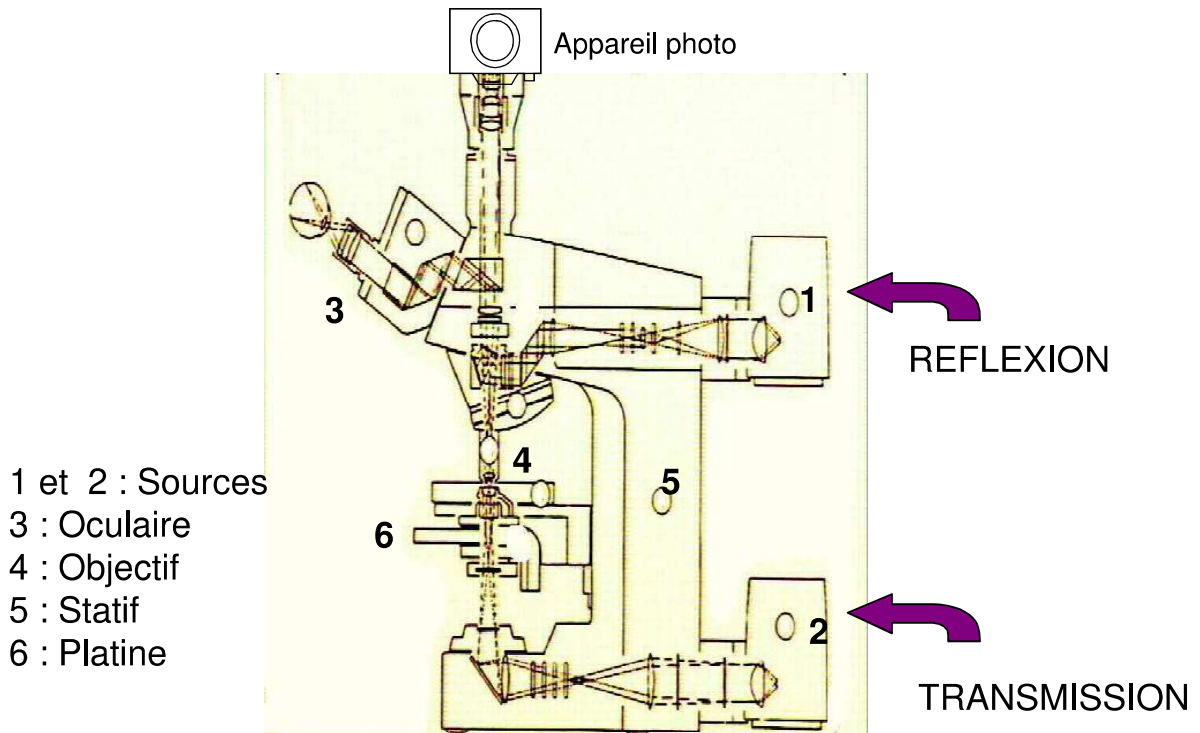
23

La binoculaire

la loupe binoculaire qui comporte deux tubes ayant chacun un objectif et un oculaire, permettant la vision stéréoscopique de petits éléments.



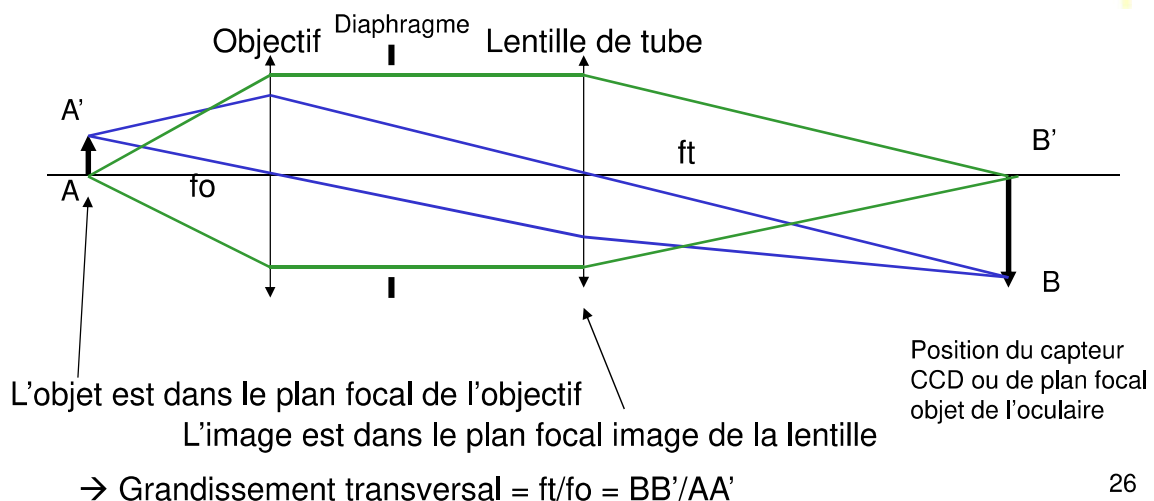
24



25

L'objectif : système optique complexe

NA l'ouverture numérique : Un **diaphragme** est un système optique qui, interposé sur le trajet lumineux dans un instrument optique, en conditionne la quantité transmise appelée *ouverture*.

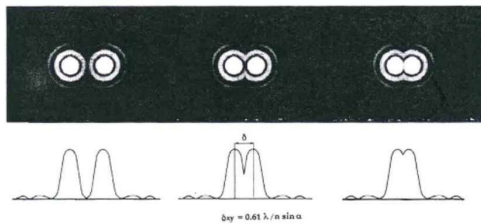


26

La résolution appelée aussi pouvoir séparateur :

La résolution conférée par un objectif est dite limitée en diffraction. Elle résulte des interférences au niveau du plan image, des ondes lumineuses diffractées le long du trajet des rayons.

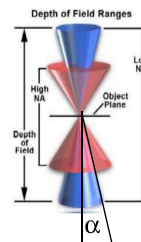
La résolution telle qu'elle est définie par Rayleigh (d_{min} Rayleigh), correspond à la distance entre deux points objets pour laquelle le maximum d'intensité du disque d'Airy du premier point correspond au premier minimum d'intensité du disque d'Airy du second point. Elle est égale en théorie à: $d_{min} = 0,61 \lambda / NA$.



La profondeur de champ :

Distance entre le point le plus haut et le point le plus bas de la préparation qui donne une image nette. C'est donc l'épaisseur de la tranche d'espace dans laquelle tous les points de l'objet donnent une image nette. Elle dépend de l'ouverture numérique : la profondeur de champ diminue lorsque l'ouverture numérique augmente.

Conséquence : si on ferme le diaphragme d'ouverture, on diminue N.A. et on augmente la profondeur de champ.



$$DOP = 0,61 \lambda / (NA \cdot \tan \alpha)$$

2.5 μm à l'objectif x10 (NA 0.3)

0.55 μm à l'objectif x100 (NA 1.5)

27

Caractéristiques d'un microscope photonique

Grandissement Obj	Ouverture Numérique	Limite de Séparation (μm)	Profondeur de champs (μm)
2	0,04	7,5	300
10	0,25	1,2	8
20	0,50	0,6	2
40	0,75	0,4	0,9
100	1,4	0,2	0,3

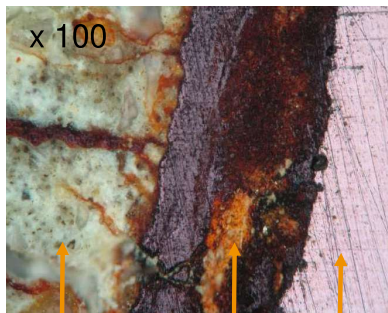
→ Les conditions optimales pour la meilleure image : Compromis entre Résolution, Grossissement, Profondeur de champs, Distance de travail des objectifs.

28

Microscopie optique par réflexion

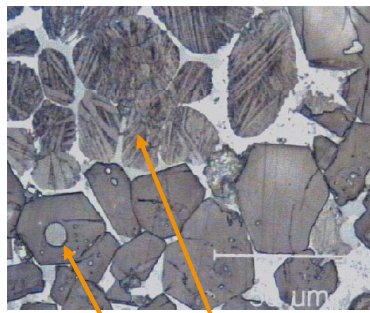
Observation sur section polie

Béton armé

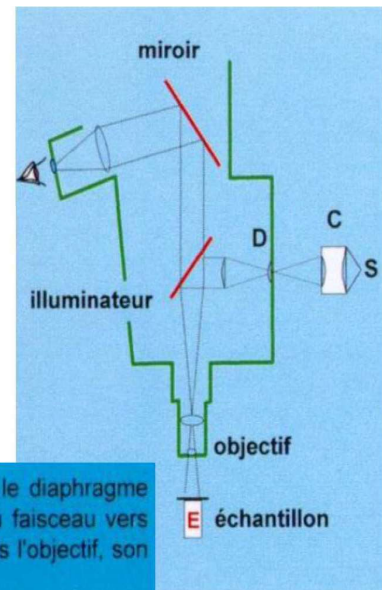


Mortier Rouille Acier

Clinker



Alite C_3S Bélite C_2S



Le faisceau lumineux provenant de la source «S» traverse les condenseurs «C» et le diaphragme «D». Il frappe l'illuminateur «I» composé d'un miroir incliné qui renvoie une partie du faisceau vers l'objectif «O» qu'il traverse, et tombe sur l'échantillon «E». La lumière est réfléchie vers l'objectif, son faisceau traverse l'illuminateur à nouveau et parvient à l'oculaire.

29

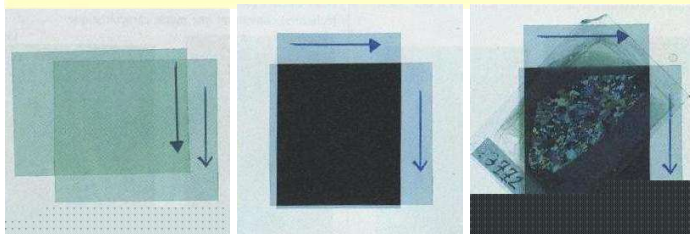
Microscopie par transmission

Microscope polarisant

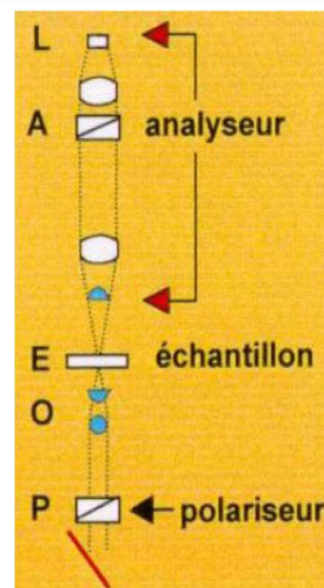
On intercale un **polariseur** entre la source lumineuse et l'objet, la lumière transmise traverse ensuite un **analyseur** (polariseur) avant de former l'image observée.

En l'absence d'objet ou si objet non biréfringent : noir

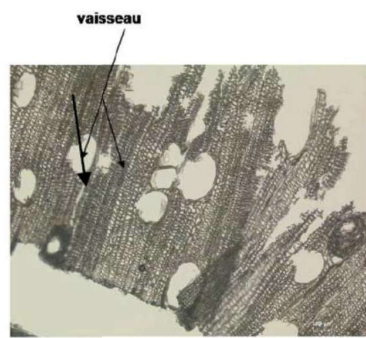
Objets biréfringents : clairs sur fond noir, colorés, la couleur change si on change l'angle entre polariseur et analyseur.



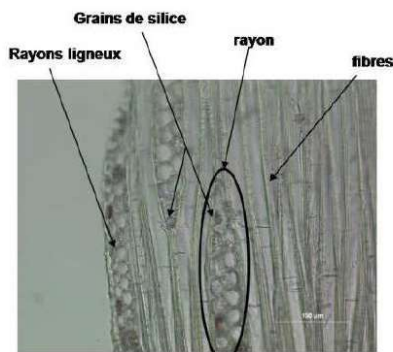
Le rayon lumineux traverse dans l'ordre : le polariseur «P», un ensemble optique composé de lentilles et diaphragme «O», l'échantillon «E» et se dirige vers l'objectif. A la sortie de l'objectif, la lumière parvient directement à l'oculaire «L» : c'est la lumière polarisée non analysée. Il est possible d'orienter la lumière vers un analyseur «A» : c'est la lumière «polarisée et analysée».



30

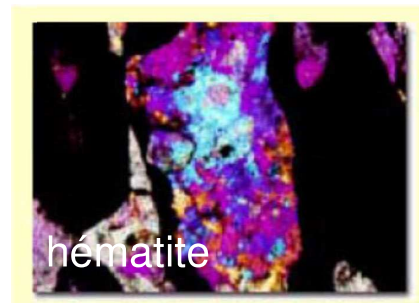
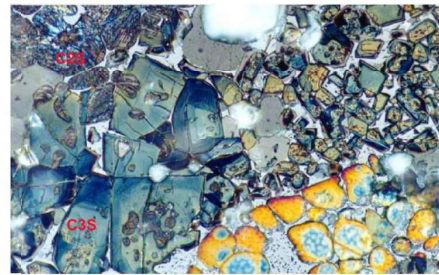


Coupe transversale



Coupe longitudinale tangentielle

Lumière polarisée



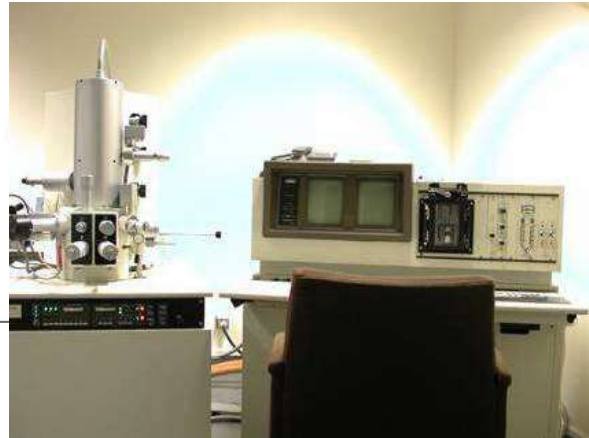
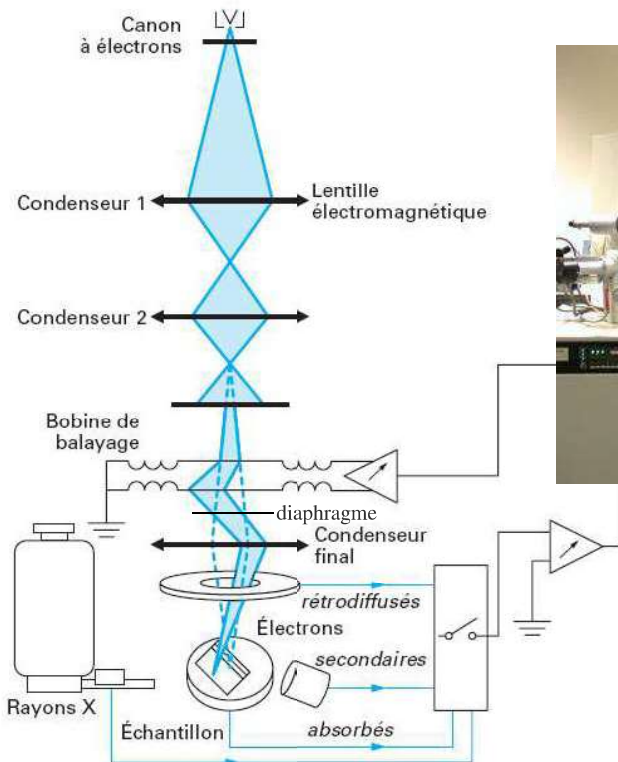
31

Plan du cours

- 1) Introduction : « de l'œil à l'image numérique »
Principales classes de microscopie
- 2) Préparation des échantillons
- 3) Microscopie optique
- 4) Microscopie électronique + analytique
- 5) Vers une analyse plus quantitative
- 6) Annexes

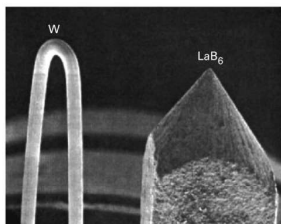
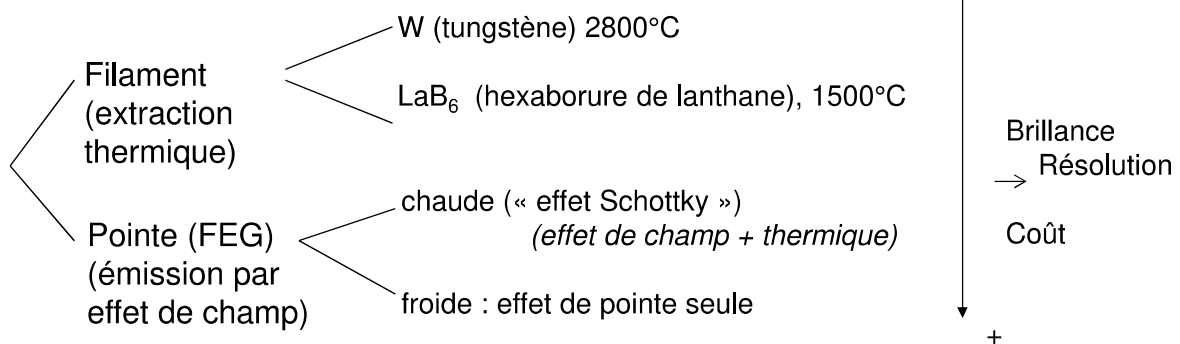
32

1. Microscope électronique à balayage MEB



33

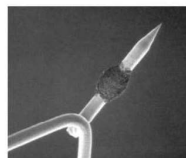
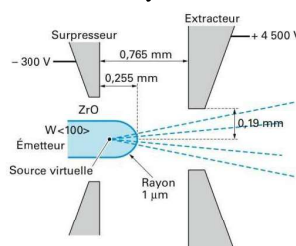
La colonne électronique : canon à électrons



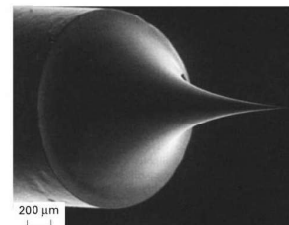
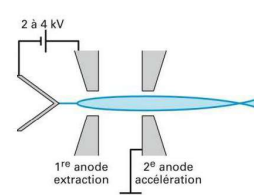
Brillance = flux d'e- /
surface / angle solide

Illustrations : Techniques de l'Ingénieur

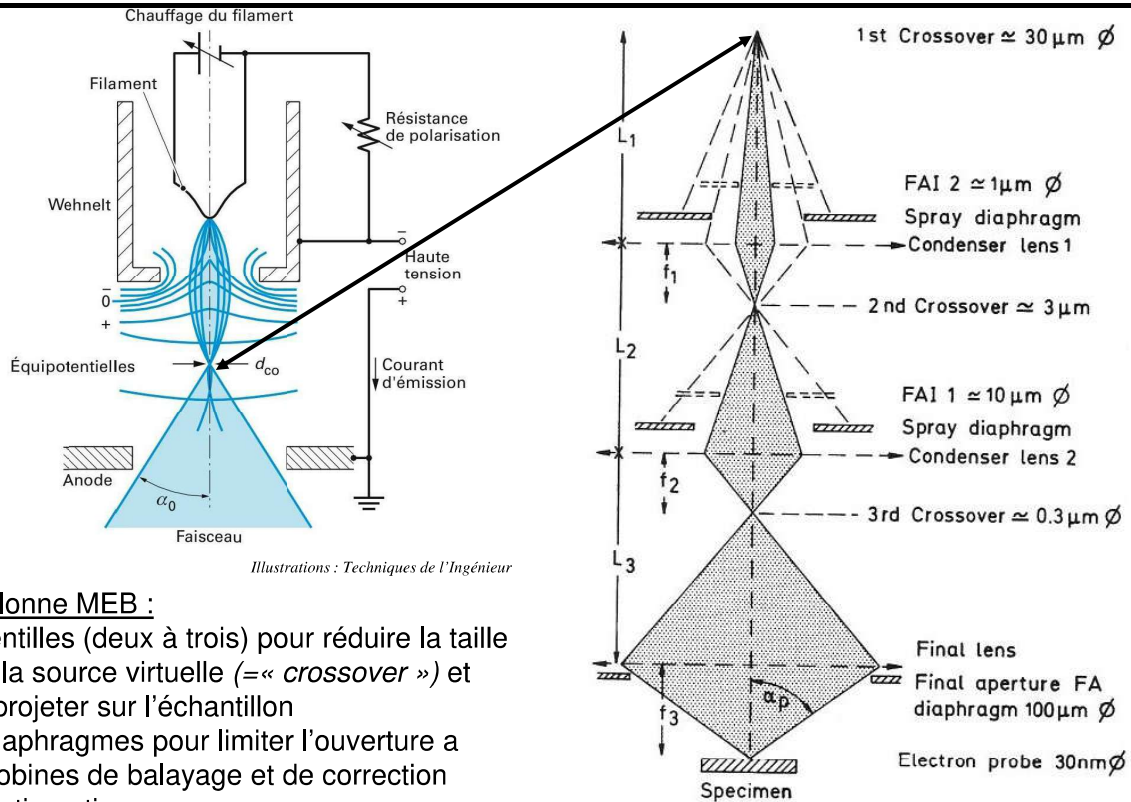
FEG Schottky



FEG



4

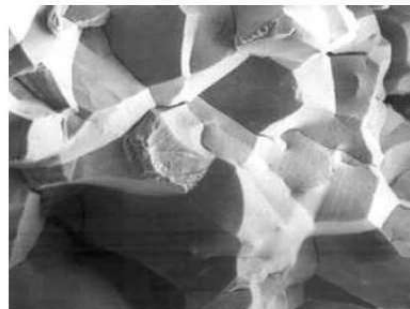
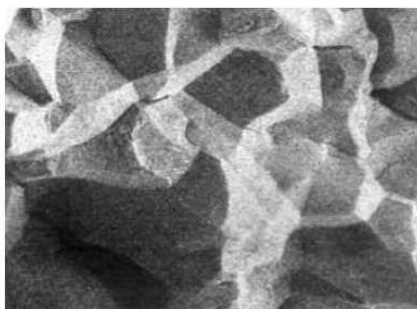
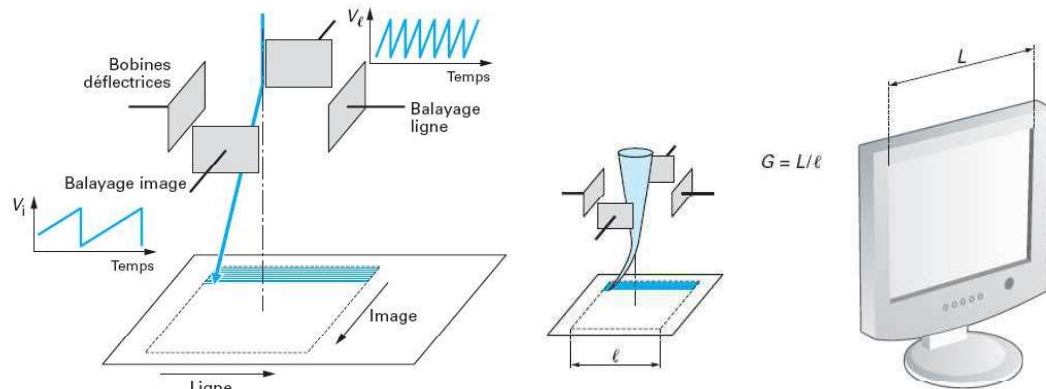


Colonne MEB :

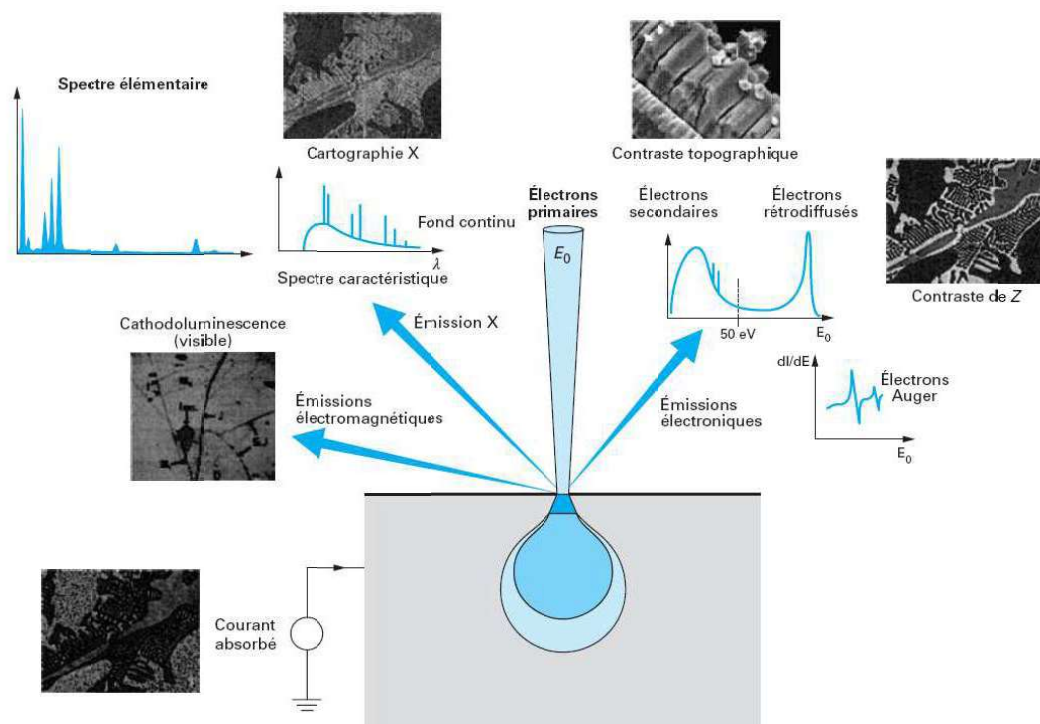
- lentilles (deux à trois) pour réduire la taille de la source virtuelle (=« crossover ») et la projeter sur l'échantillon
- diaphragmes pour limiter l'ouverture α
- bobines de balayage et de correction d'astigmatisme.

Illustration : SEM, L. Reimer, 1985

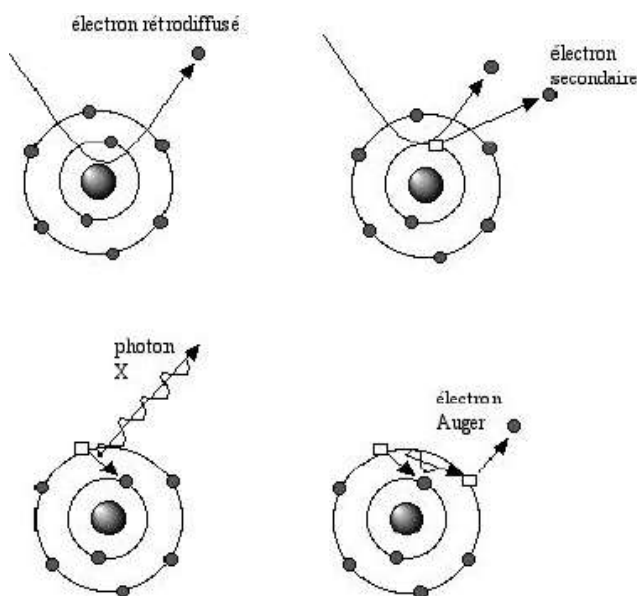
La colonne électronique : système de balayage



50 μm

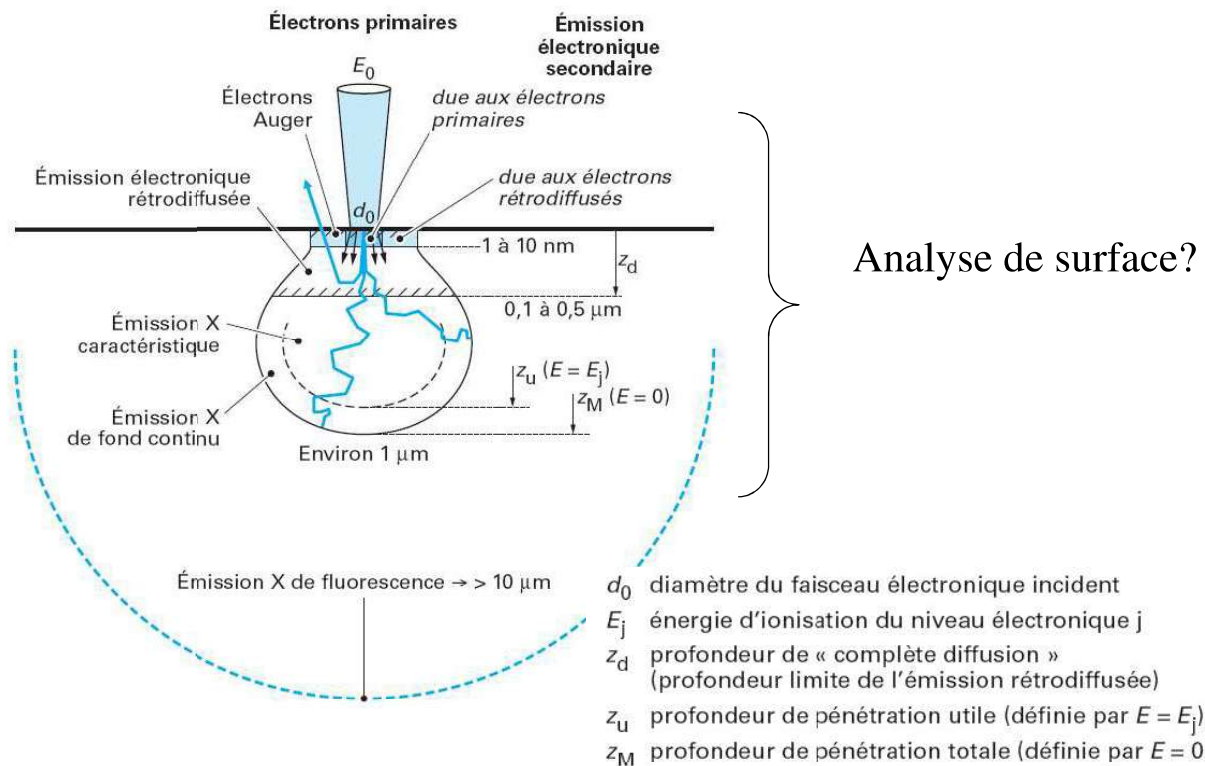


Interactions électrons -matière



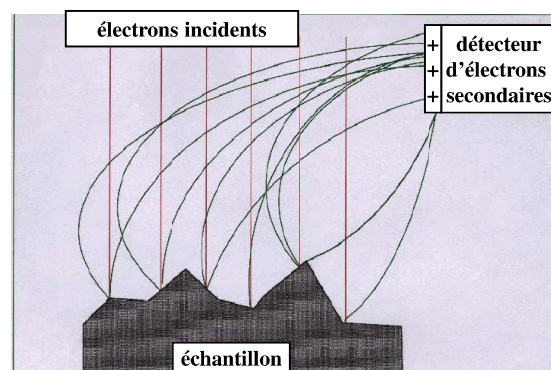
Certains électrons sont diffusés de manière élastique, c'est-à-dire en conservant leur énergie cinétique ; se sont les électrons dits "**rérodiffusés**" (*back-scattered electrons*). Au cours du choc, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron dit "**secondaire**". L'énergie des électrons secondaires étant faible (typiquement quelques dizaines d'eV), seuls les électrons venant des couches superficielles ressortent de la matière.

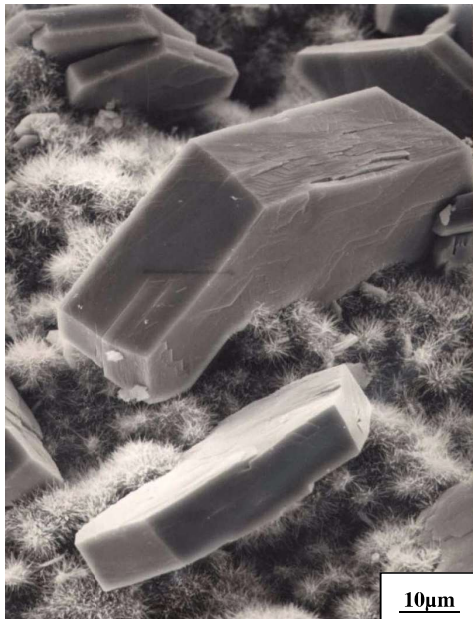
L'atome ainsi ionisé se désexcite ; un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vide, ce qui provoque soit l'émission d'un [photon X](#) (émission secondaire), soit d'un [électron Auger](#).



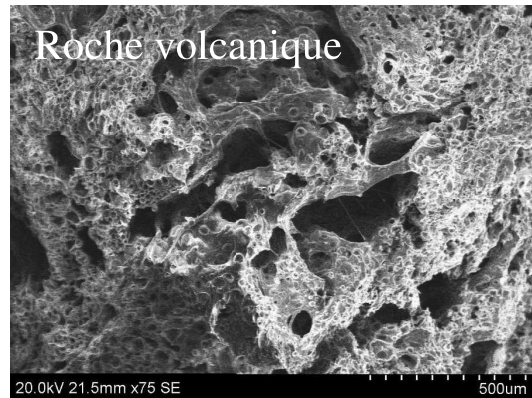
ELECTRONS SECONDAIRES

- $\Rightarrow E_s \ll E_i$
- $\Rightarrow$ électrons avec faible énergie ($E_s < 50\text{eV}$)
- $\Rightarrow$ produits par diffusion inélastique
- $\Rightarrow$ l'intensité croît avec l'inclinaison de la surface
- $\Rightarrow$ le détecteur a un petit pôle positif : cela permet de capter les électrons **dans toutes les directions, avec une image sans ombre**
- $\Rightarrow$ image topographique-surfaces fracturées
- $\Rightarrow$ morphologie des phases (cristallines et amorphes)





CH DANS PATE DU C_3S : E/C ELEVE



ELECTRONS RETRODIFFUSES

$$\Rightarrow E_b \approx E_i$$

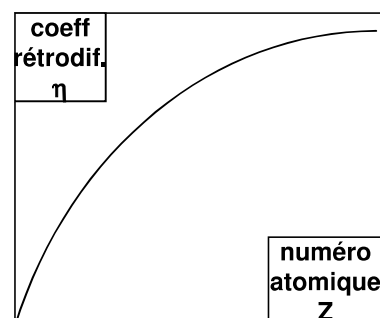
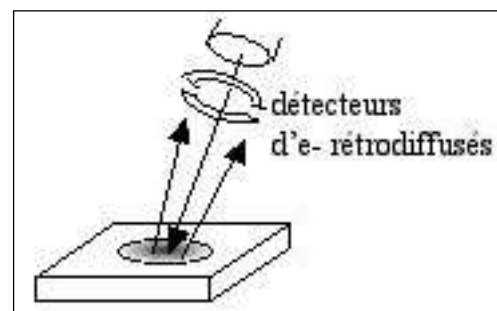
$\Rightarrow$ Ce sont les électrons incidents dispersés sous de larges angles qui ressurgissent du matériau

$\Rightarrow$ Leur intensité augmente avec le numéro atomique du matériau

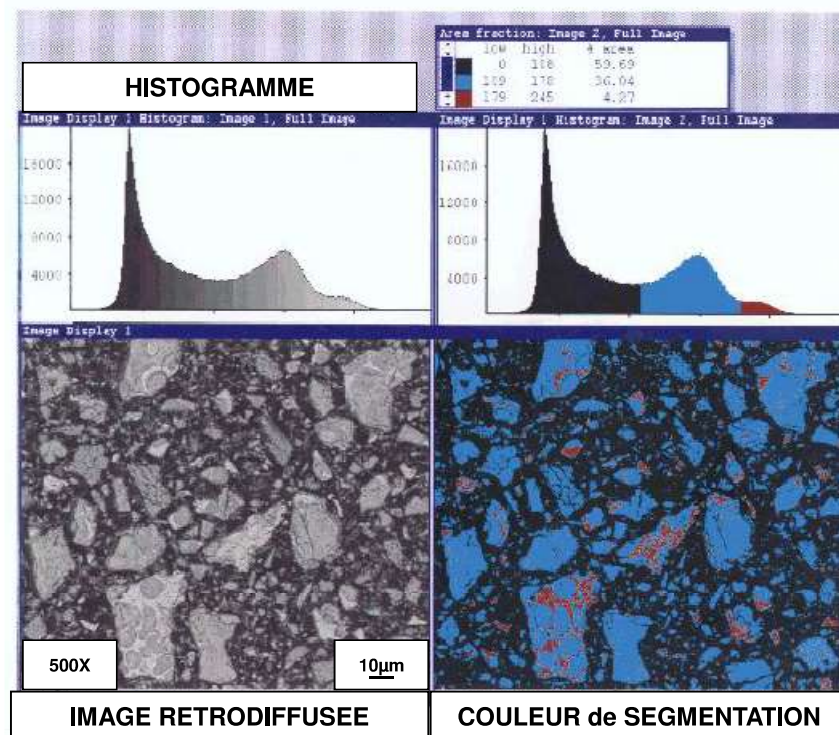
$\Rightarrow$ Pour les composites : le coefficient rétrodiffusé est $\eta = \sum c_i \eta_i$ (moyenne basée sur la fraction massique de chaque élément tel que c = concentration massique)

$\Rightarrow$ ces électrons donnent une image rétrodiffusée sur section polie

$\Rightarrow$ microstructure des phases (cristallines et amorphes)

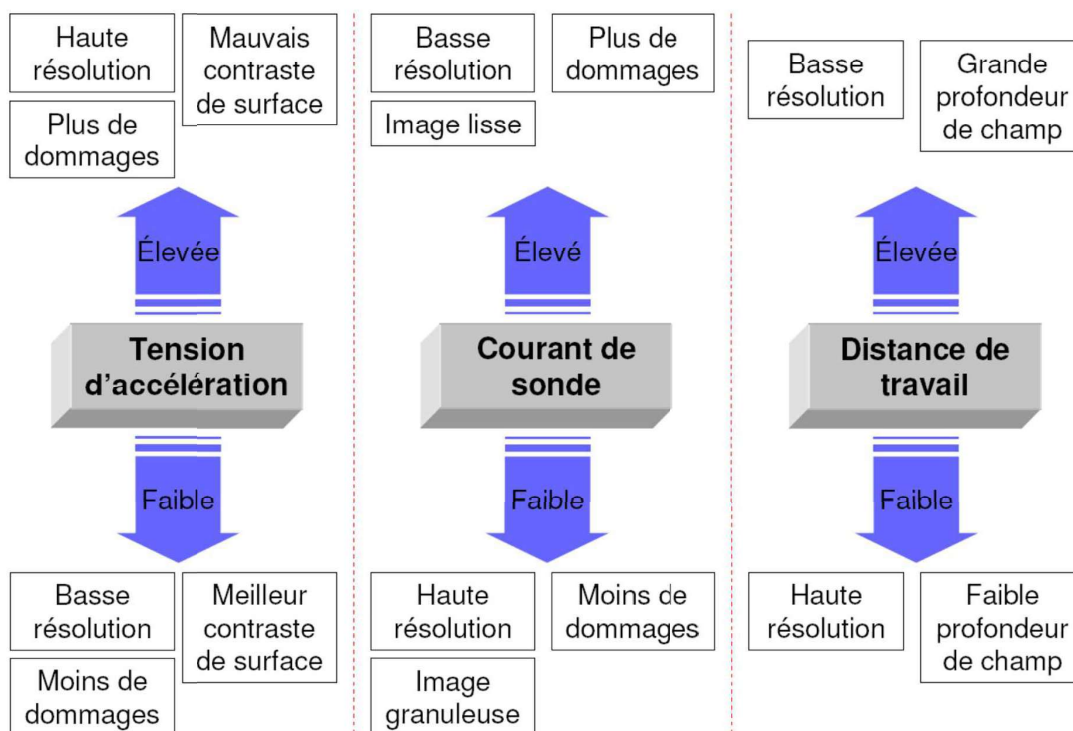


Observation sur section polie



43

Les réglages/limites



44

Lors d'une collision avec un SE ou un BSE, un atome peut être excité. Lors de son retour en configuration plus stable, il émet suivant le cas un photon X, un électron Auger, ou transmet de l'énergie aux électrons périphériques

Mesure du spectre des rayons X émis

WDS (sonde de Castaing)

Résolution en énergie : 6 eV mais ne mesure qu'un canal à la fois
lent et quantitatif

EDS :

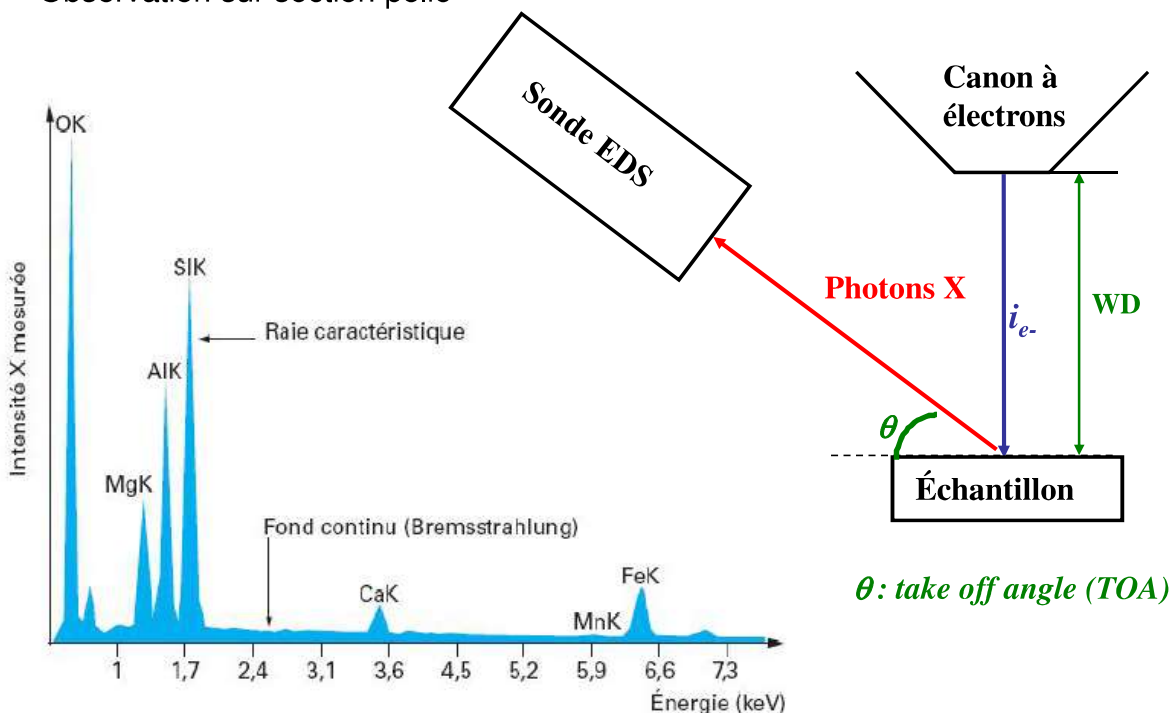
mesure l'énergie de chaque photon capté ($\sim 10000\text{c/s}$)
mais résolution en énergie faible : $\sim 130\text{ eV}$
plus rapide mais plus qualitatif, éléments légers non quantifiables

<http://www-ipcms.u-strasbg.fr/IMG/pdf/MicroanalyseX-09.pdf>

45

Spectre EDS

Observation sur section polie



46

- Analyse ponctuelle (« pointé ») : composition d'un constituant
volume analysé $\sim 1(\mu\text{m})^3$
- Analyse continue lors du balayage d'une zone représentative
composition moyenne du matériau

- Cartographie :

comptage de photons
d'énergie donnée (qq canaux)

décompte de tous les photons,
puis post-traitement
(image « 3D »)

Analyse des corrélations
statistiques pour identifier
les éléments composés

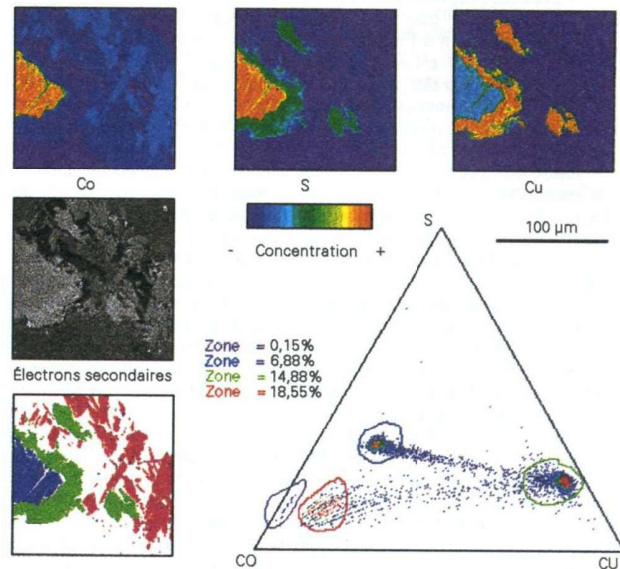
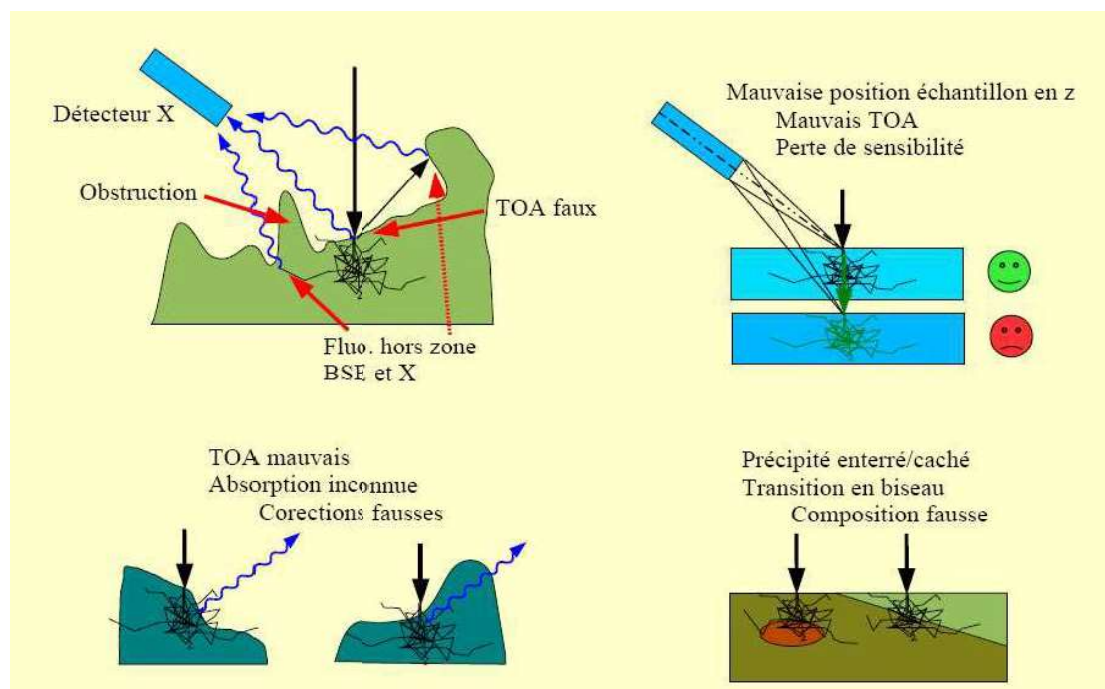
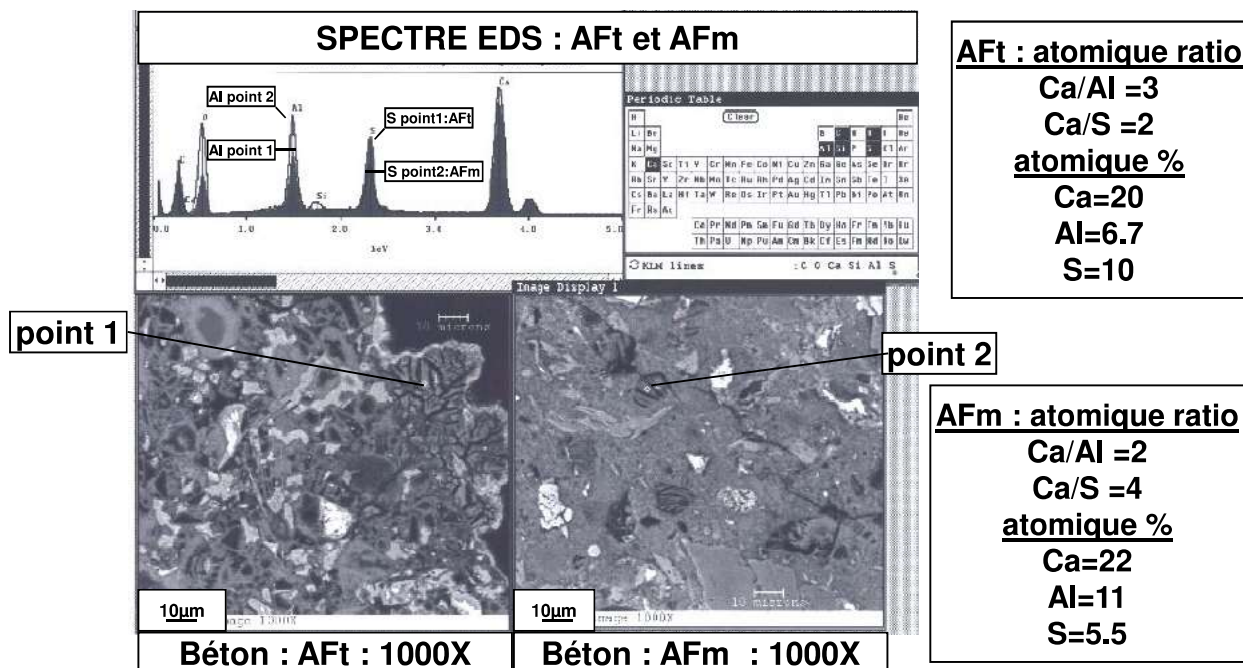


Illustration : Colliex, 1996

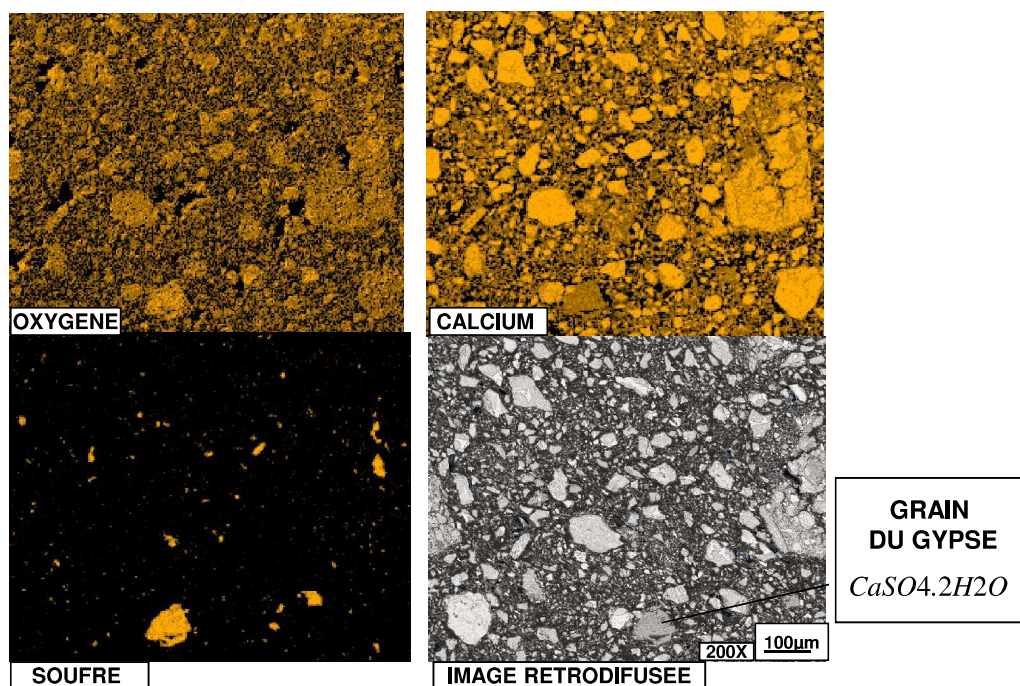
Pièges et artéfacts en microanalyse X





49

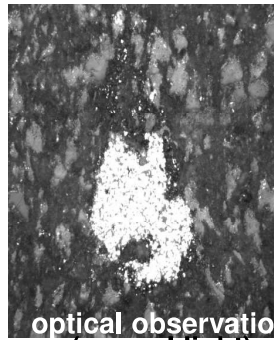
EDS, CARTOGRAPHIE X



CLINKER DE CIMENT PORTLAND AVEC GYPSE

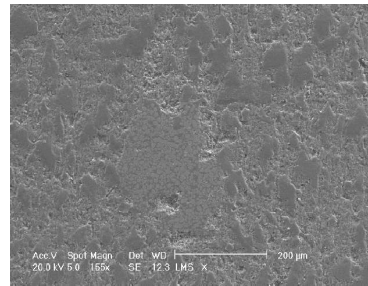
50

Microstructure d'une argilite (surface polie)



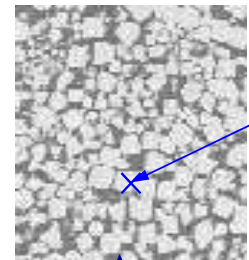
particles
matrix
Pyrite

Optical Microscope

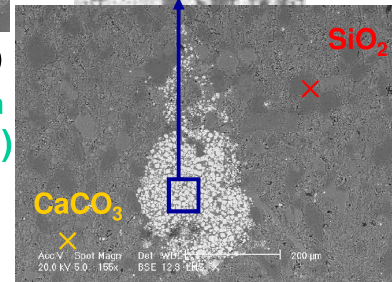


Secondary Electrons (SE)

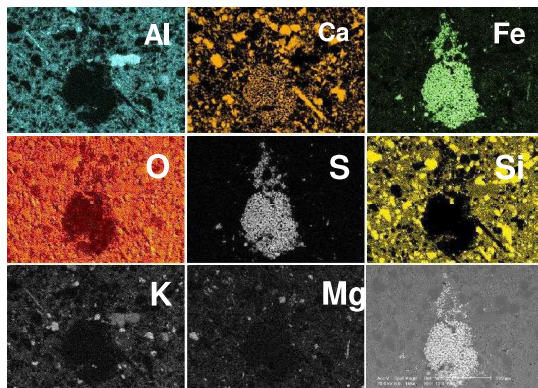
Scanning Electron Microscope (SEM)



pyrite



Back Scattered Electrons (BSE)



EDS cartography

Calcite + quartz + pyrite + argile + ...
(Typical part. sizes : 10-50µm)

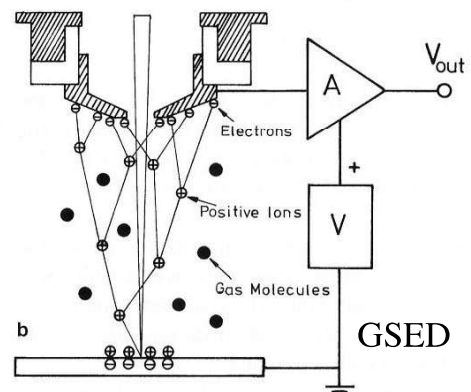
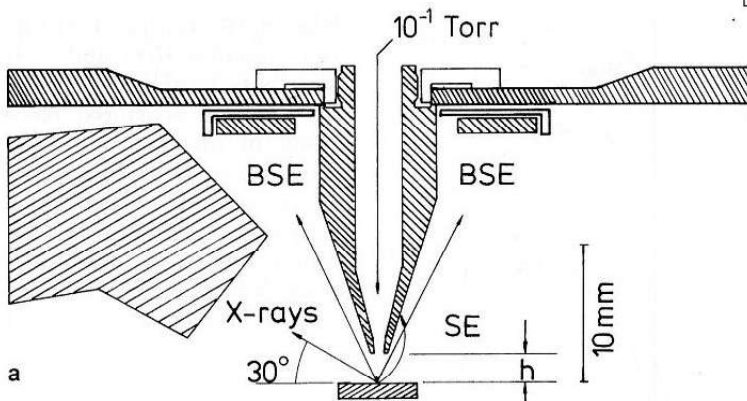
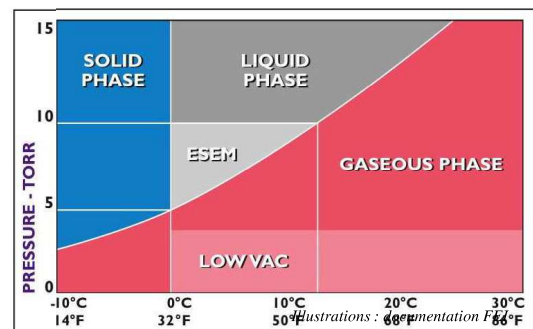
51
Vales et al 2005

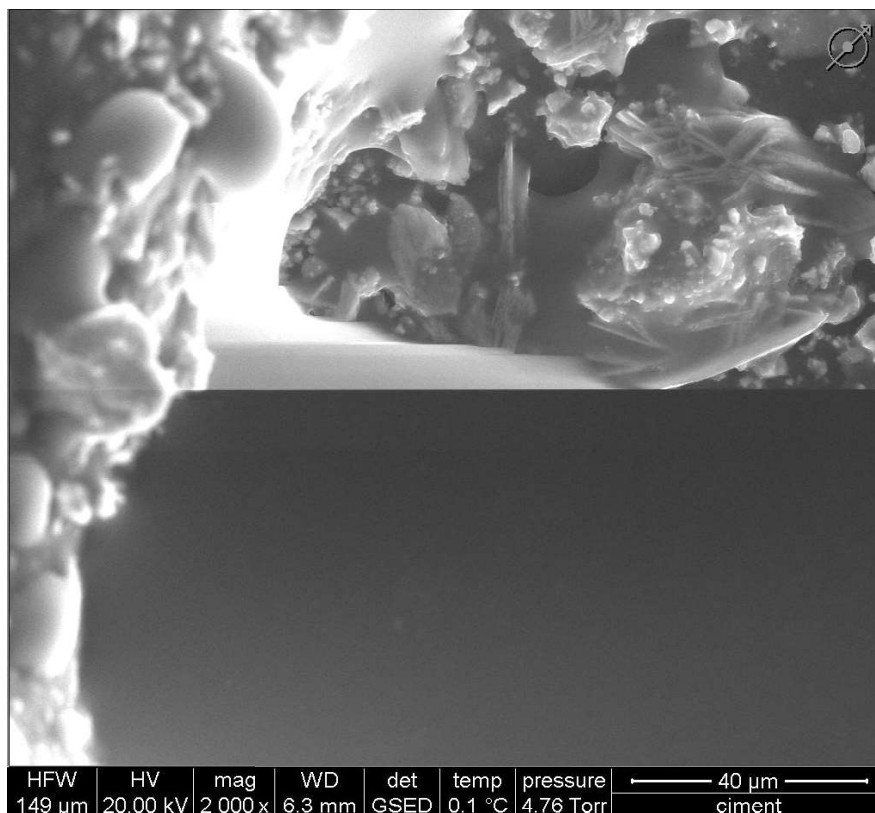
3. MEB « environnemental » ESEM

pression élevée dans la chambre (jusqu'à 4000Pa = 30mmHg = 30 Torr)

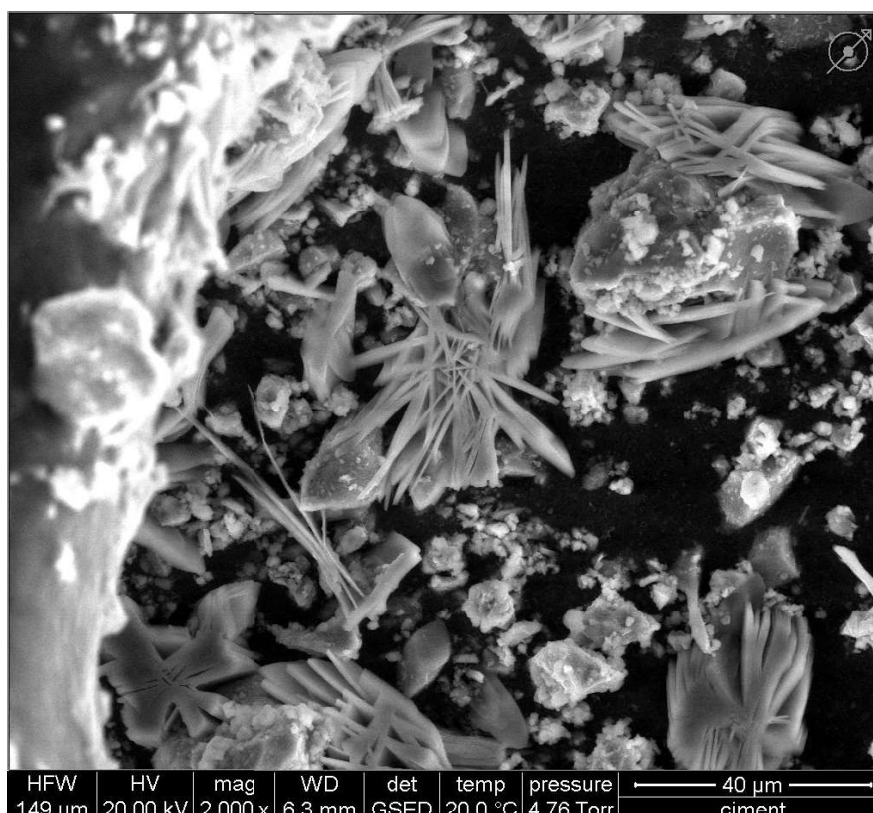
Avec du gaz dans la chambre, les électrons primaires sont diffusés (« skirting »), mais on peut tolérer un trajet de qq mm

Principe : niveau de vide intermédiaires avec diaphragmes de séparation + détecteurs spécifiques « GSED »

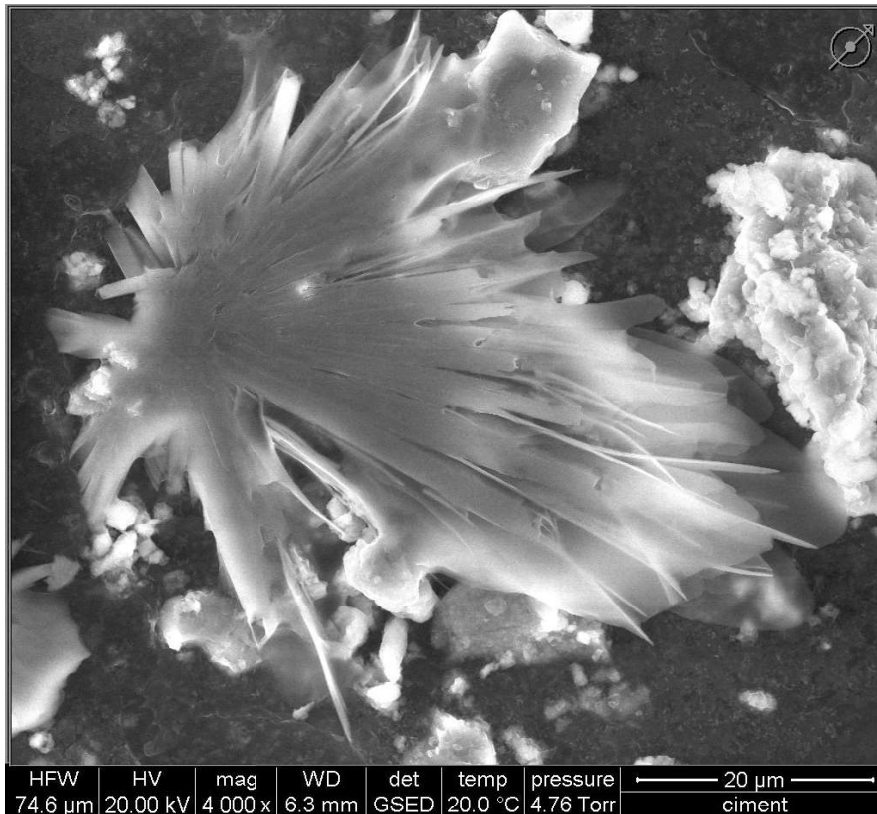




53



54



55

Plan du cours

- 1) Introduction : « de l'œil à l'image numérique »
Principales classes de microscopie
- 2) Préparation des échantillons
- 3) Microscopie optique
- 4) Microscopie électronique + analytique
- 5) Vers une analyse plus quantitative
- 6) Annexes

56

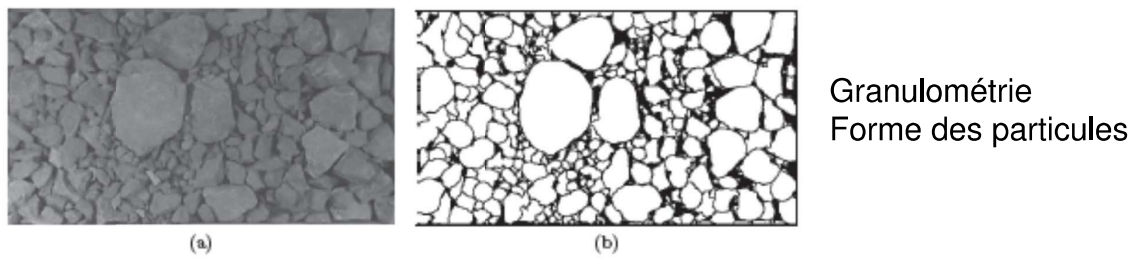
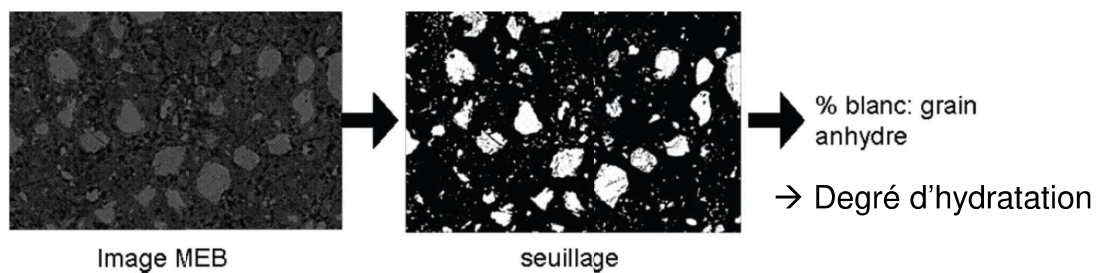


Fig. 2: (a) Image initiale de fragments de roches, (b) Extraction des surfaces des fragments



Pâte de ciment, MEB x500

57

Principe

Les quatre points suivants représentent une série de descriptions quantitatives de la microstructure dans l'ordre croissant de complexité :

- Paramètres de base comme fraction superficielle, distribution de tailles ou périmètre spécifique.
- Descriptions 2D complexes.
- Descriptions 3D dérivées de mesures 2D comme la fraction volumique, la distribution spatiale des tailles ou la surface spécifique.
- Mesures de géométrie 3D par succession de coupes et analyse stéréométrique.

Les données de surfaces polies ou d'images de microstructures peuvent être recueillies de trois manières différentes:

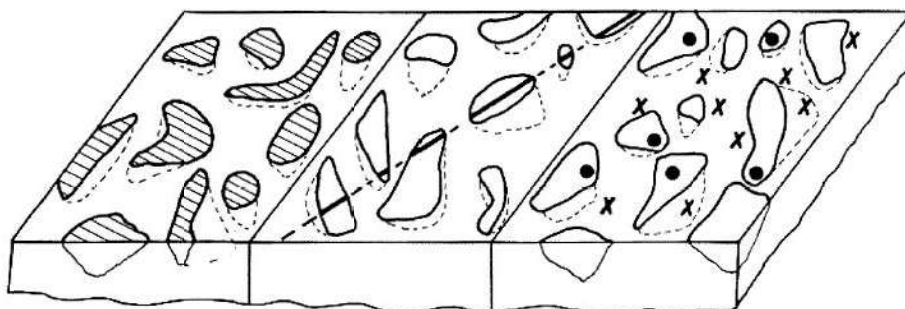
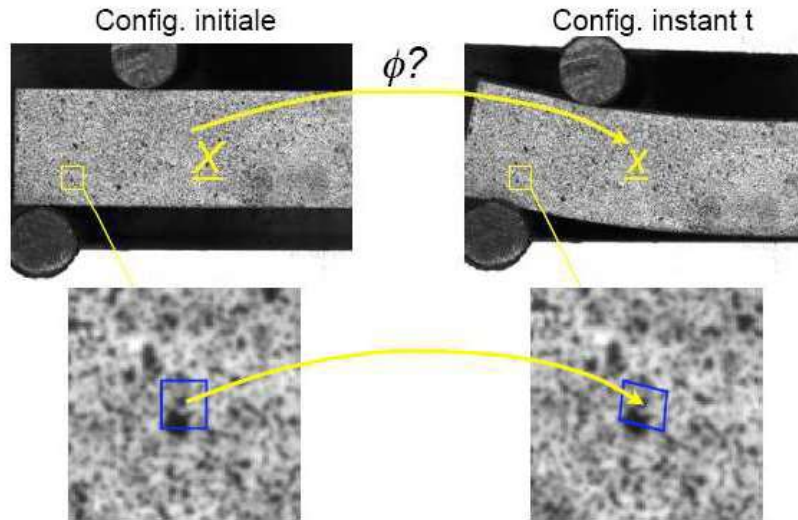


Figure 1.1: Différentes méthodes d'analyse de microstructures sur des surfaces polies.

2. Corrélation d'images numériques

Principes généraux :

- Acquérir deux (ou plusieurs) images d'une même zone à deux (ou plusieurs) états mécaniques
- Associer les *points homologues* en se basant sur la « ressemblance » de leur voisinage
- En déduire le champ de déplacement, puis par dérivation discrète, le champ de déformation



Le **marquage** (« mouchetis » de peinture) suit le mouvement matériel
Appariement des points d'après la « **ressemblance** » de leur **voisinage**

59

Exemple 1 : Corrosion du béton armé

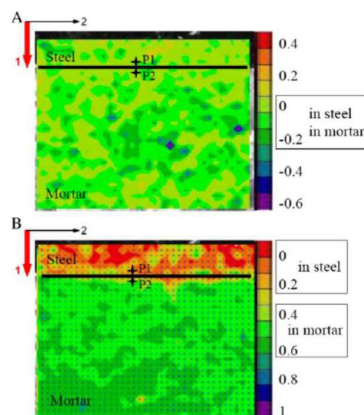
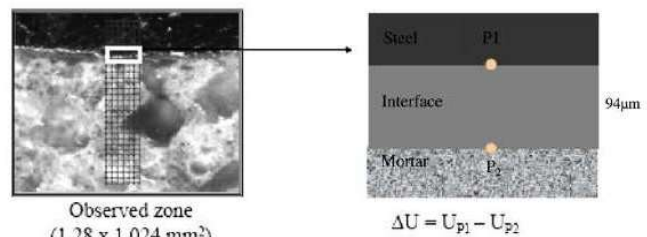
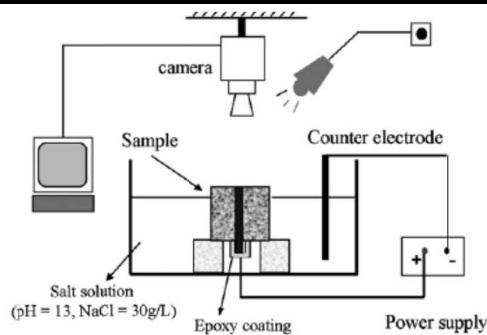


Fig. 12. Radial displacement after 1 h and 3.5 h obtained by using digital image correlation (in pixel with 1 pixel = 0.95 μm).

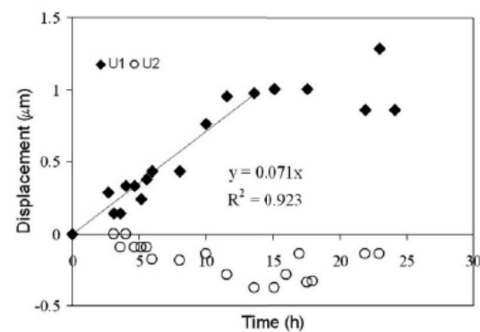
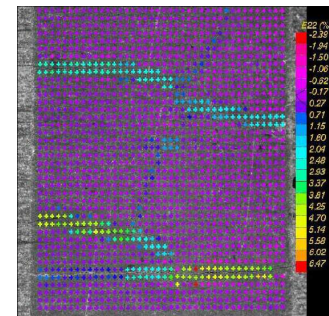
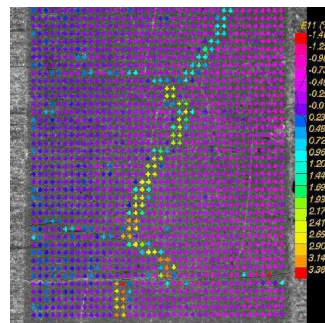
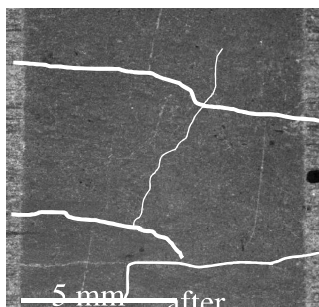
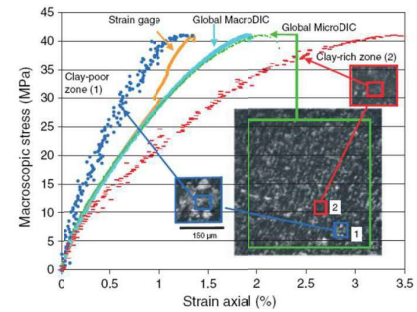
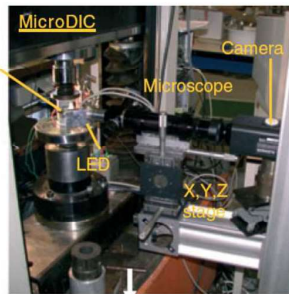
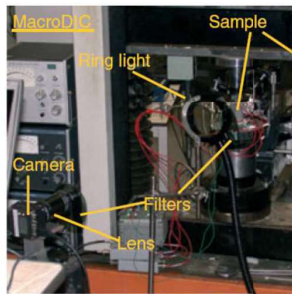


Fig. 13. U1 (μm): Radial displacement along axis 1 and U2 (μm): displacement along axis 2 versus time (h). Relationship between the displacement U1 and the time t for time less than 15 h.

60

Evolution macroscopique sous chargement hydrique Contraction ou gonflement, avec fissuration pour 98%RH



Annexes

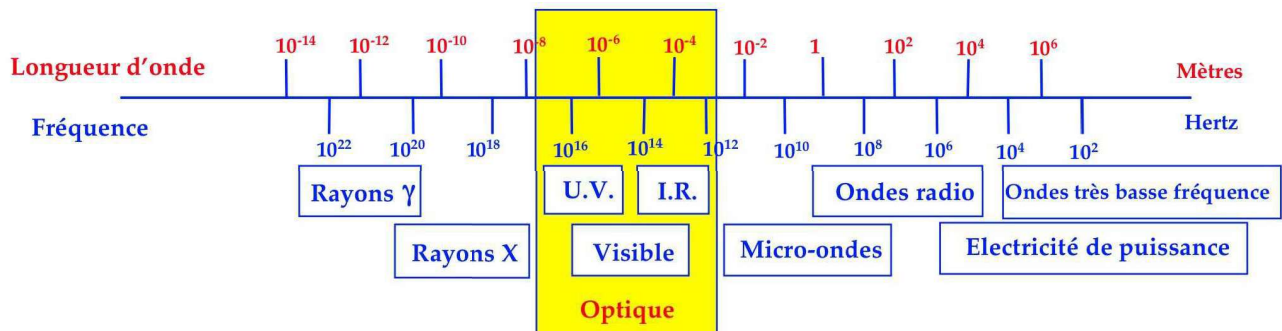
- 1) Les sources de rayonnement
- 2) Rappels de optique
- 3) Préparation des échantillons
- 4) Autres microscopes

1- Les sources (1)

La lumière est une onde électromagnétique régie par les équations de Maxwell
On peut lui associer une particule sans masse, le photon, d'énergie :

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

h = constante de Planck = $6,626068 \cdot 10^{-34} \text{ m}^2 \text{ kg} / \text{s}$
c = vitesse de la lumière dans le vide = $299\,792\,458 \text{ m/s}$
n = fréquence, l = longueur d'onde dans le vide



Visible : l entre $0,4\mu\text{m}$ (violet) et $0,7\mu\text{m}$ (rouge), énergie environ 1,8 à 3 eV
RX mous : $l \approx 10\text{nm}$, $E \approx 100 \text{ eV}$ - RX durs : $l \approx 4\text{pm}$, $E \approx 300 \text{ keV}$ 63

1 - Les sources (2)

Electron = particule élémentaire

masse = $m = 9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$

charge = $e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$

énergie relativiste au repos : $E_0 = mc^2 = 511 \text{ keV}$

Dualité onde-corpuscule (Louis de Broglie)
$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}$$

Energie de l'électron (non relativiste) accéléré par une ddp de $V = eV = \frac{1}{2}mv^2$

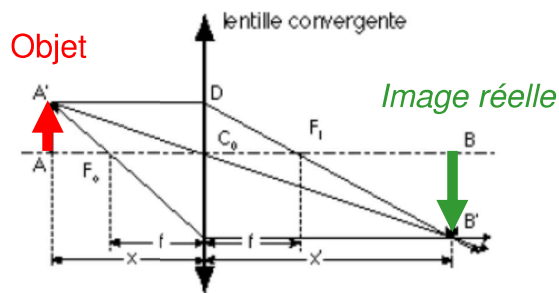
$$\lambda \approx \frac{h}{mv} = \frac{h}{\sqrt{2emV}} = \frac{1,22}{\sqrt{V}} \quad (\text{V en Volts et } l \text{ en nm})$$

V (kV)	1kV	3kV	10kV	30kV	100kV	300kV	1MV
l (pm)	40	23	13	7,4	3,7	2,0	0,87

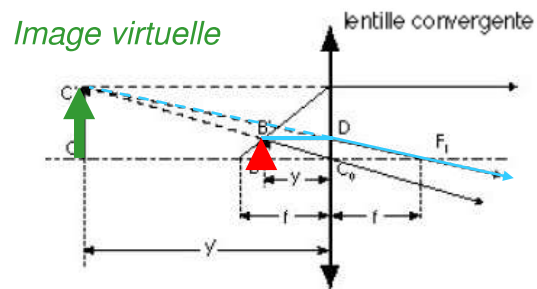
(calcul relativiste)⁶⁴

2 - Les systèmes optiques, quelques rappels

Les lentilles convergentes



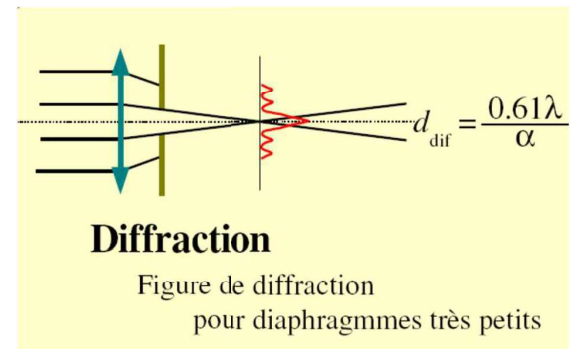
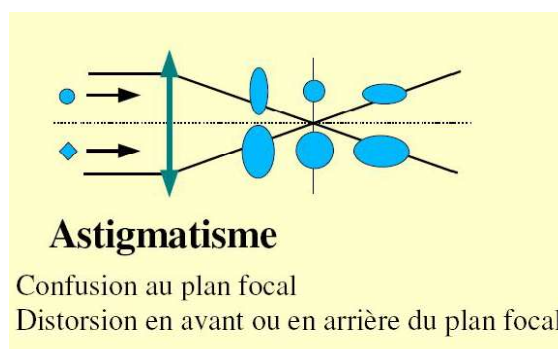
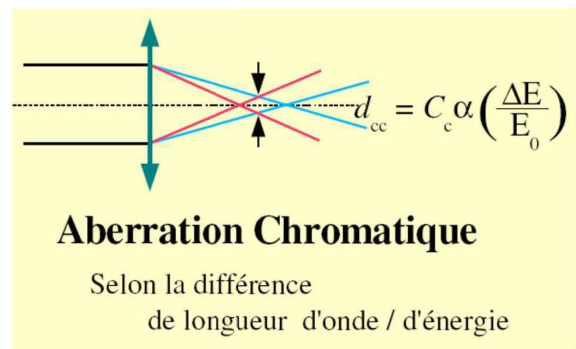
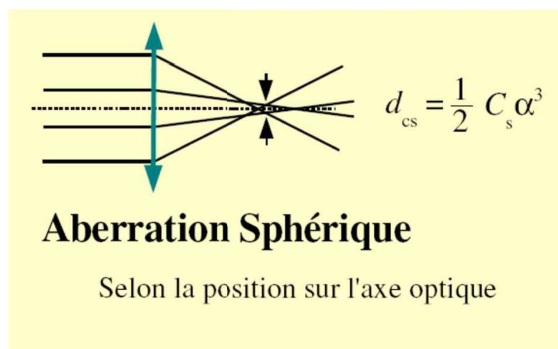
Lorsque l'objet étudié et la lentille convergente sont placés de sorte que la distance x de la lentille à l'objet est supérieure à la distance focale f , on observe la formation d'une image réelle de l'objet. L'image est dite réelle parce qu'il est possible de la visualiser en plaçant, derrière la lentille, un écran à une distance x' convenablement choisie.



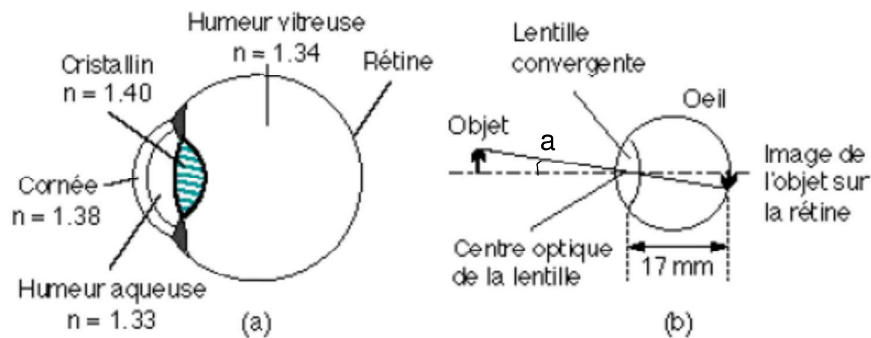
Lorsque l'objet étudié se trouve à une distance y de la lentille inférieure à la distance focale f , on obtient une image virtuelle de l'objet. L'image est dite virtuelle parce qu'elle ne peut pas être directement visualisée sur un écran. Pour observer cette image, il faut disposer d'un dispositif optique supplémentaire derrière la lentille (par exemple une deuxième lentille convergente ou l'oeil de l'expérimentateur).

65

2 - Les aberrations optiques



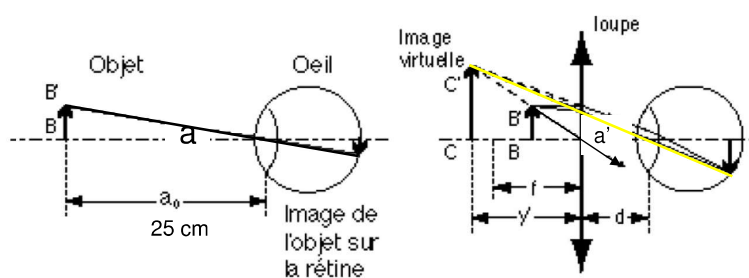
66



- **Capteur** de lumière visible ($\lambda=0.4$ à 0.8 nm)
- **Fréquence** d'acquisition (papillotement) $\sim 60\text{Hz}$
- **Champs** de vision: $>180^\circ\text{H}$, 125°V (angle de vision a détermine la taille de l'image sur la rétine)
- Accommodation (**focalisation**, distance focale variable), 25 cm à l'infini
- Résolution angulaire (pouvoir séparateur) $\sim 1/1500$ radian

67

2 - Et la Loupe



Une **loupe** est un instrument d'optique constitué d'une lentille convexe permettant d'obtenir d'un objet une image virtuelle agrandie.

Grossissement : $G = \tan \alpha' / \tan \alpha \approx \alpha' / \alpha$

Grandissement : $G = CC' / BB'$

68

3 - Préparation des échantillons

Pour les matériaux biologiques (exemple bois) : coupes histologiques fines à semi fines

- ❖ Coupe sur matériel non inclus : Différents types de microtomes
- Epaisseur de coupe pour du bois : 10 à 50 μm optimum autour de 30 μm .
- angle de coupe faible.
- Taille des échantillons : 1,5 x 1,5 cm



Microtome rotatif



Microtome à glissière



Microtome à congélation



Vibratome

- Prétraitements des échantillons :

- Bois verts / bois tendres: coupes directes, congélation -20°C
- Bois secs / bois durs : saturation en eau, trempage sous vide, bouillir dans eau/glycerol, vapeur d'eau, cocotte minute....

- Colorations adaptées aux coupes histologiques de bois (localiser des composés)

3 - Techniques d'enrobage

Il existe deux techniques, l'enrobage sous pression à chaud (également appelé enrobage à chaud) et l'enrobage à froid. Un large choix de résines est également disponible.

Chaque technique d'enrobage présente des avantages en fonction du nombre d'échantillons à réaliser et de la qualité requise.

Enrobage à froid : Cette solution est adaptée lorsqu'un grand nombre d'échantillons arrive au laboratoire simultanément ainsi que pour les échantillons individuels. L'enrobage à froid par imprégnation sous vide est utilisé pour renforcer et protéger les matériaux tels que la céramique, les revêtements plasma ainsi que les échantillons destinés à l'analyse de défaut, qui requièrent une attention particulière lors de la préparation.

Enrobage à chaud : Cette solution est idéale lorsqu'un grand nombre d'échantillons arrivent au laboratoire successivement. Les enrobages de ce type sont de qualité supérieure, permettent d'obtenir un échantillon de taille et de forme uniformes et requièrent un temps de processus court. L'enrobage à chaud nécessite une presse d'enrobage associant pression et température élevée.

Attention : Un autre détail à prendre en compte est la tolérance à la chaleur de l'échantillon. Si l'échantillon est sensible à la chaleur, il vaut mieux opter pour une méthode d'enrobage qui ne dégage pas de chaleur.

Il existe deux techniques, l'enrobage sous pression à chaud (également appelé enrobage à chaud) et l'enrobage à froid. Un large choix de résines est également disponible.

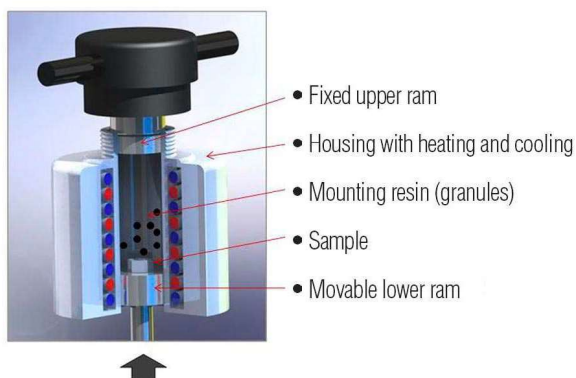
Chaque technique d'enrobage présente des avantages en fonction du nombre d'échantillons à réaliser et de la qualité requise.

Enrobage à froid : Cette solution est adaptée lorsqu'un grand nombre d'échantillons arrive au laboratoire simultanément ainsi que pour les échantillons individuels. L'enrobage à froid par imprégnation sous vide est utilisé pour renforcer et protéger les matériaux tels que la céramique, les revêtements plasma ainsi que les échantillons destinés à l'analyse de défaut, qui requièrent une attention particulière lors de la préparation.

Enrobage à chaud : Cette solution est idéale lorsqu'un grand nombre d'échantillons arrivent au laboratoire successivement. Les enrobages de ce type sont de qualité supérieure, permettent d'obtenir un échantillon de taille et de forme uniformes et requièrent un temps de processus court. L'enrobage à chaud nécessite une presse d'enrobage associant pression et température élevée.

Attention : Un autre détail à prendre en compte est la tolérance à la chaleur de l'échantillon. Si l'échantillon est sensible à la chaleur, il vaut mieux opter pour une méthode d'enrobage qui ne dégage pas de chaleur.

3 - Enrobage à chaud



Principe

L'échantillon propre et sec est positionné dans le cylindre d'enrobage de la presse d'enrobage et la résine d'enrobage adaptée est ajoutée. Une température d'environ 180 °C et une force d'environ 250 bars sont appliquées pendant l'enrobage de l'échantillon. Un système de refroidissement à eau est utilisé pour réduire au maximum le temps d'enrobage.

Résines thermodurcissantes

Elles durcissent à température élevée. Afin de prévenir les enrobages poreux et non uniformes, il est important que la pression exercée soit toujours adaptée et constante. Une fois l'enrobage durci, la seule façon de récupérer l'échantillon est de détruire l'enrobage.

Résines thermoplastiques

Elles fondent à températures élevées et durcissent lorsqu'elles refroidissent. Ce type de résine peut être utilisé pour procéder à l'enrobage des échantillons sensibles à la pression. La résine d'enrobage est d'abord chauffée avant d'être mise sous pression alors qu'elle est fondue. Ceci permet de garantir que la résine d'enrobage pénètre bien dans les pores et les fissures. Les résines d'enrobage thermoplastiques peuvent être refondues.

3 - Enrobage à froid

Principe

L'échantillon propre et sec est positionné dans le moule et on verse directement la résine (peut se faire sous vide)



Résines époxy

Elles sont adaptées à l'enrobage de tous les types de matériaux et sont spécialement recommandées pour l'imprégnation sous vide. Les résines époxy présentent le taux de retrait le plus faible de toutes les résines d'enrobage à froid. Le temps de polymérisation est relativement long, mais l'adhérence à la plupart des matériaux est excellente. Deux composants : une résine et un durcisseur

Attention réaction exothermique ! Sous certaines conditions, il est possible d'atteindre des pics de température d'env. 150-200 °C

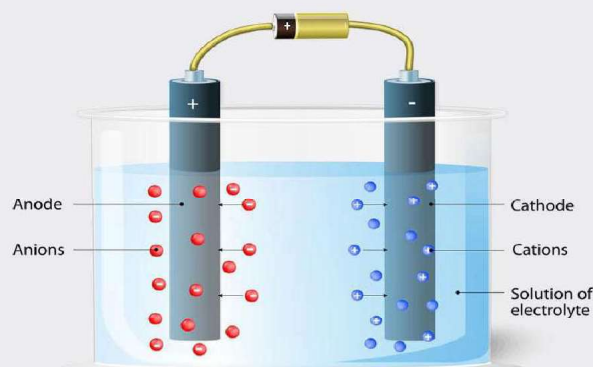
Résines acryliques

Elles sont faciles à mettre en œuvre et présentent des temps de polymérisation courts, un retrait très limité et d'excellentes propriétés d'enrobage. Elles sont adaptées à la fois à l'enrobage en série d'échantillons de forme irrégulière pour le contrôle de routine ou aux échantillons individuels. Les résines acryliques sont disponibles avec et sans charge minérale. Elles peuvent être colorées. Lors du mélange des résines acryliques, il est recommandé d'ajouter la poudre au liquide (durcisseur) afin d'obtenir une résine plus uniforme.

3 - Préparation de sections polies

Polissage électrolytique

La préparation électrolytique est une méthode rapide et efficace pour procéder à la préparation métallographique d'une surface sans déformation, alors que le prépolissage et le polissage mécaniques ont tendance à déformer légèrement la couche de surface.



En utilisant l'équipement de polissage électrolytique, l'échantillon agit telle une anode dans un électrolyte adapté et l'enlèvement de matière est obtenu par une dissolution contrôlée de la surface de l'échantillon. Le polissage électrolytique peut être suivi d'un processus d'attaque électrolyte afin d'obtenir des contrastes au niveau de la microstructure de l'échantillon.

3 - Préparation des lames minces

Pour les roches, bétons : lames minces

<http://www.terraegenesis.org/lames.html>



1. Préparation du sucre



2. Imprégnation



3. État de surface



4. Collage



5. Sciage

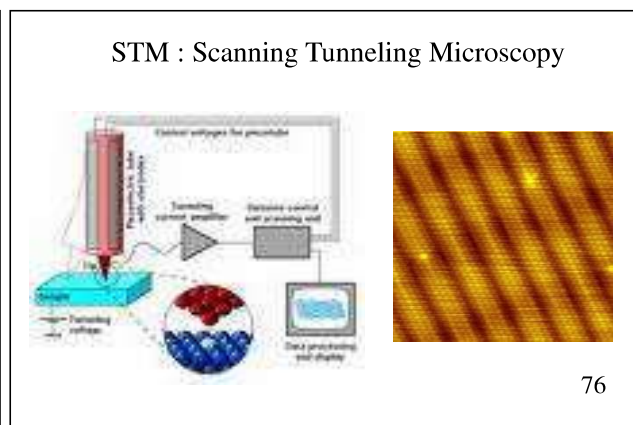
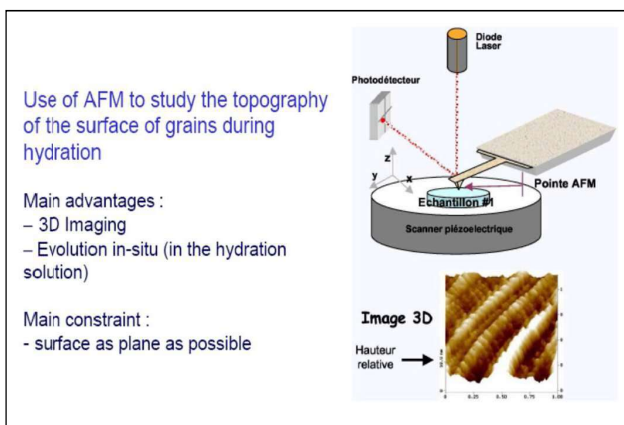
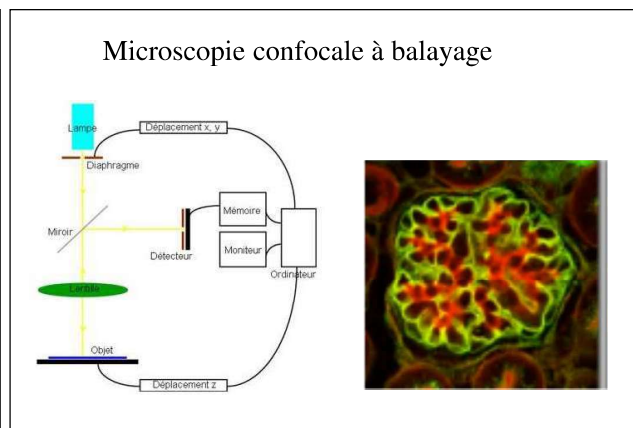
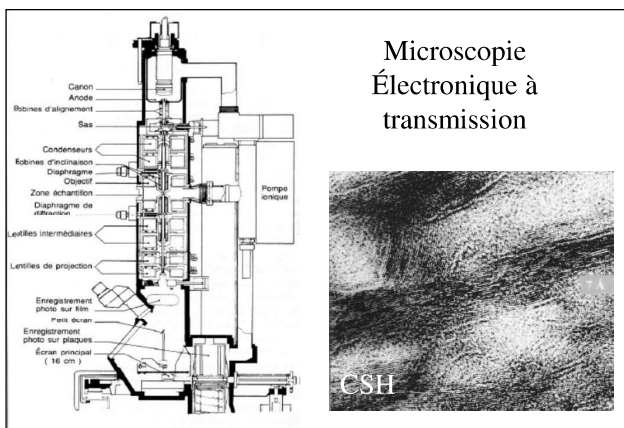


6. Rodage

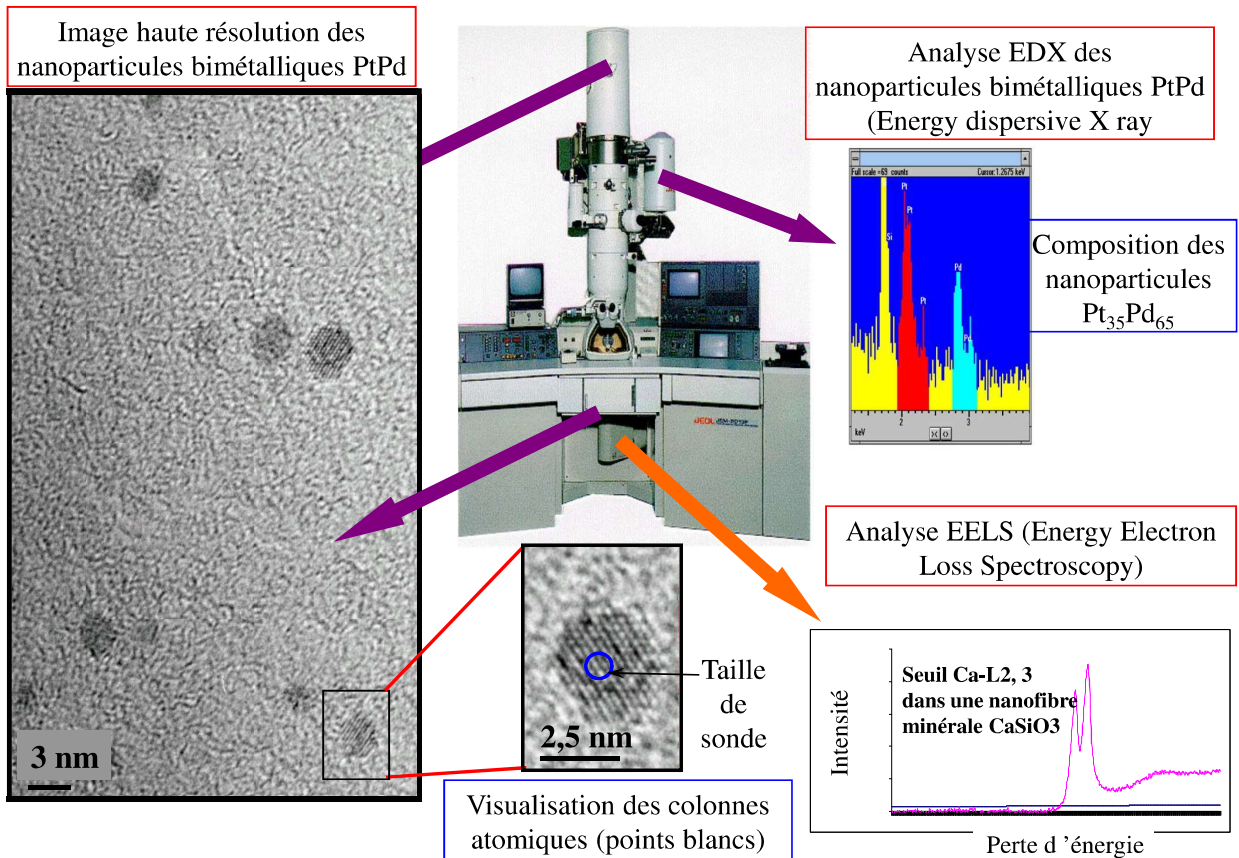


7. Rodage final

4. Autres microscopes



4. Microscope électronique à transmission



4. Microscope électronique à transmission

Les CSH peuvent être très bien cristallisés dans des bétons

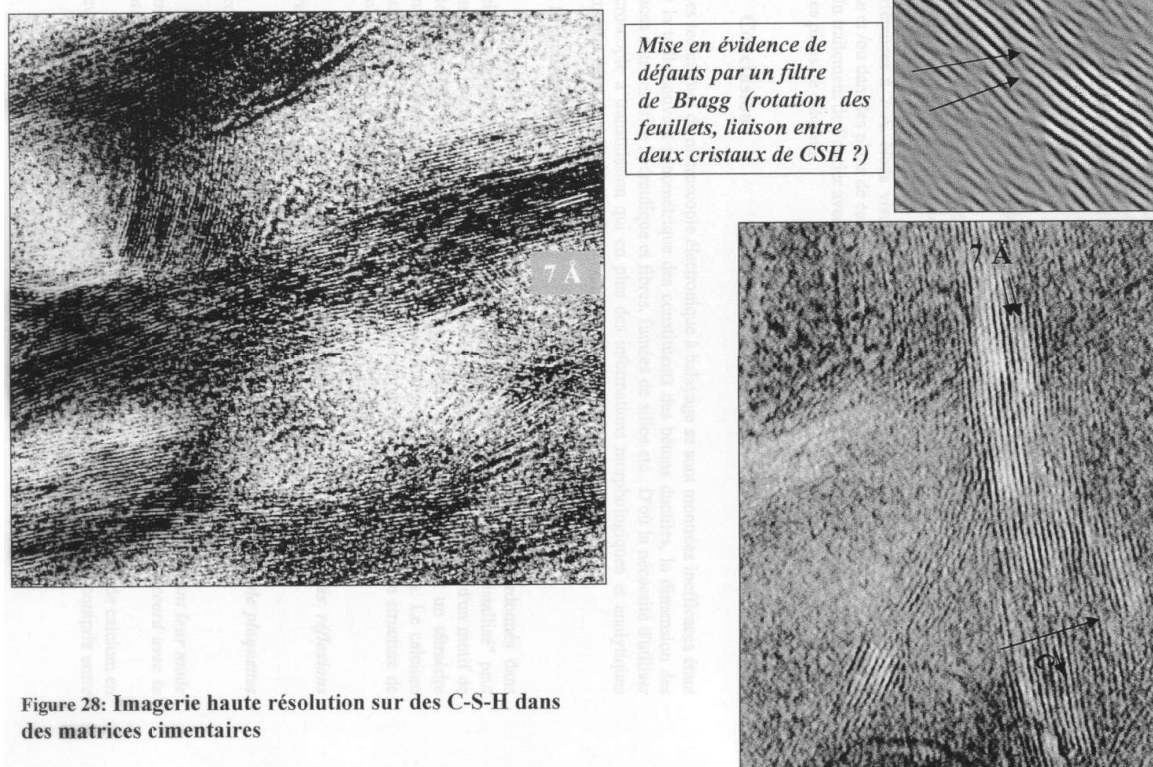


Figure 28: Imagerie haute résolution sur des C-S-H dans des matrices cimentaires

4. Microscope électronique à transmission

Attention à ce que l'on voit

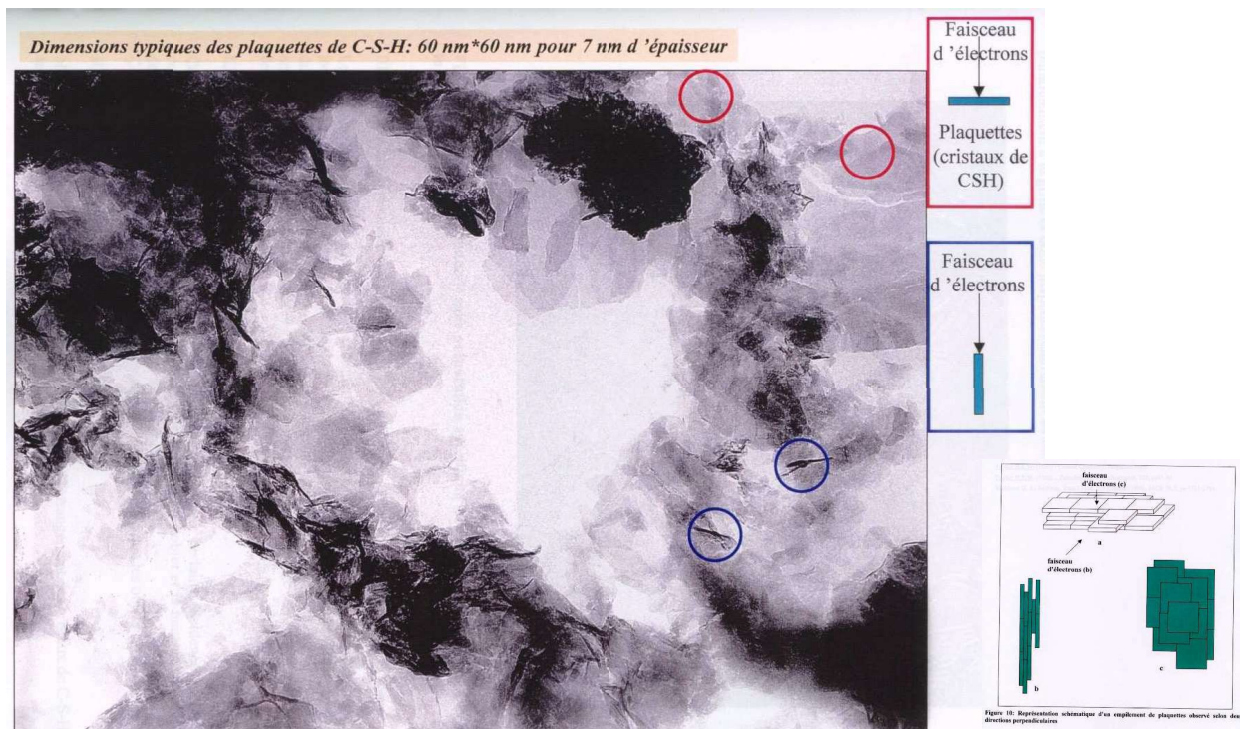


Figure 2: Image conventionnelle en hydratation congélation montrant deux types de contrastes entourés par des ronds rouges et bleus

4. Microscope électronique à transmission

Informations accessibles

Forte cohérence: information structurale fine en image haute résolution jusqu'à 1.2 Å voir 0.8 Å par des méthodes numériques (séries focales)
En image haute résolution accès au champ de déformation locale de l'îlot (image de Phase)

Taille de sonde réduite: analyse d'interface en mode EDX ou EELS, information très locale sur la concentration au voisinage immédiat de l'interface, diffraction d'un seul nano-îlots (structure de l'îlot)

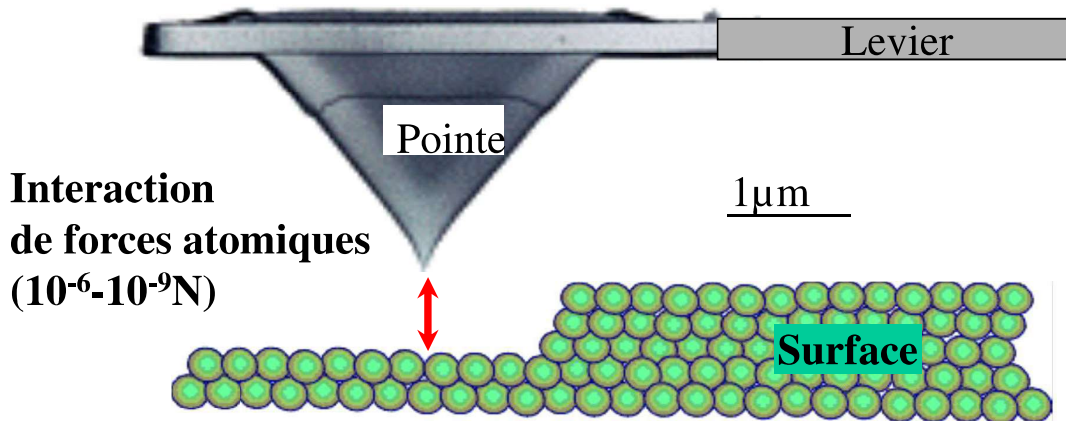
Faible dispersion en énergie du faisceau: contribution à l'augmentation de la résolution, exploitation des structures fines contenues dans le spectre EELS (informations sur la structure électronique de l'îlots (plasmons), et sur la structure (environnement atomique, premier voisins)

Flux important: possibilité de faire diffracter un seul nano-îlots en gardant une intensité des taches de diffraction exploitable, [cristallographie aux électrons](#) (détermination structural de l'îlots)

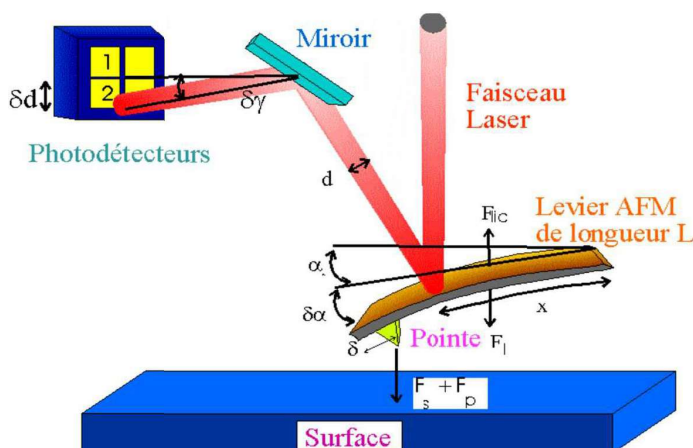
4. Microscope à force atomique (AFM)

Principe

Le **microscope à force atomique** (ou **AFM** pour *atomic force microscope*) est un type de microscope à sonde locale qui sert à visualiser la topographie de la surface d'un échantillon. Le principe se base sur les interactions entre l'échantillon et une pointe montée sur un microlevier. La pointe balaie (scanne) la surface à représenter, et l'on agit sur sa hauteur selon un paramètre de rétroaction.



4. Microscope à force atomique (AFM)



Domaines d'applications

- Topologie des surfaces (x,y,z)
- Mesure des forces d'interaction entre cristaux

Avantages

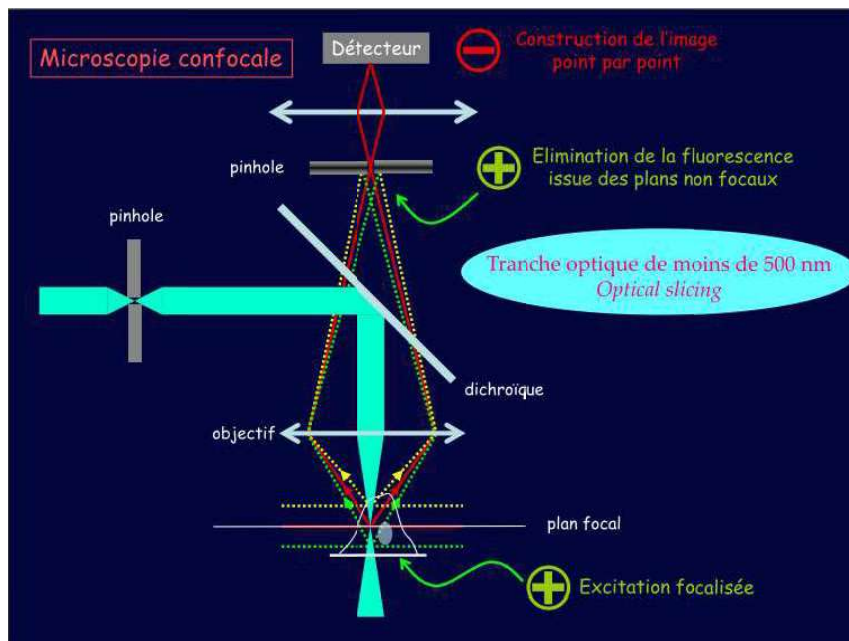
- Observation en conditions contrôlées (dans le vide, l'air, en solution)
- Pas de préparation de l'échantillon, pas de risque de dégradation par les interactions rayonnement/matière

Limitations

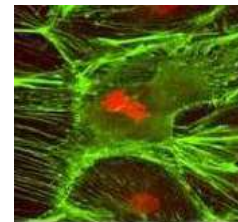
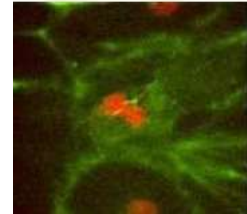
- Approcher la pointe à quelques Angströms de la surface (Problème si trop de relief, perturbation)
- Taille de l'échantillon (représentativité)
- Temps d'acquisition

4. Microscope confocal

Principe

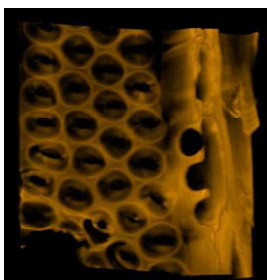
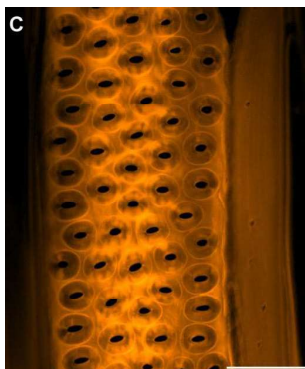


Champ large

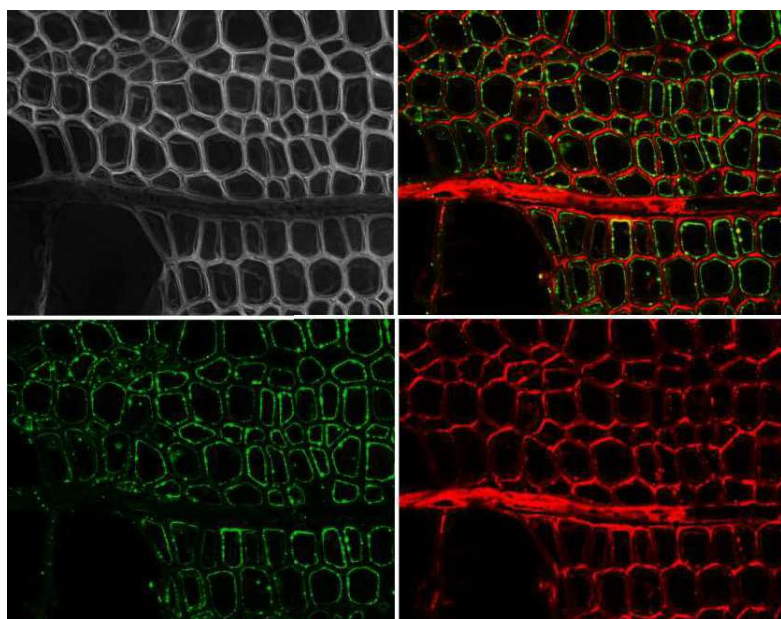


Confocal

4. Microscope confocal



Ponctuations Vaisseaux Peuplier
Iodure de propidium



Bois de tension de peuplier
Double marquage A488-A633

4. Microscope à effet tunnel

STM : Scanning Tunneling Microscopy (1981)

C'est un microscope en champ proche qui utilise un phénomène quantique, l'effet tunnel, pour déterminer la morphologie et la densité d'états électroniques de surfaces conductrices ou semi-conductrices avec une résolution spatiale pouvant être égale ou inférieure à la taille des atomes.

