

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ACRONYMES	6
LA CONTAMINATION ET LE NETTOYAGE	7
1. Introduction.....	7
2. La contamination	7
2.1. <i>La contamination particulaire</i>	8
2.2. <i>La contamination moléculaire</i>	9
2.3. <i>La contamination microbiologique</i>	10
3. Cas des observations utilisant un faisceau d'électrons	11
3.1. <i>Mise en évidence de la contamination au cours d'une observation par MEB</i>	11
3.2. <i>Effet de la tension d'accélération des électrons</i>	13
3.3. <i>Effet du type de détection électronique sur la mise en évidence de la contamination</i>	13
3.4. <i>Résumé de l'impact de la contamination sur l'observation MEB d'un échantillon</i>	15
4. Le nettoyage.....	15
4.1. <i>Nettoyage d'une contamination particulaire</i>	16
4.2. <i>Nettoyage d'une contamination moléculaire</i>	18
5. Techniques expérimentales de nettoyage fin des couches organiques en microscopie	23
5.1. <i>Cas de la décontamination utilisant une microfuite</i>	23
5.2. <i>Le nettoyage in situ par plasma</i>	23
5.3. <i>Le nettoyage ex situ par plasma</i>	25
6. Conclusion	29
LA DECOUPE DES MATERIAUX DURS	31
1. Introduction.....	31
2. Les procédés de découpe grossière par enlèvement mécanique de matière	31
2.1. <i>Le sciage alternatif, manuel ou mécanique</i>	32
2.2. <i>Le sciage à ruban</i>	32
2.3. <i>Le cisailage et le poinçonnage</i>	34
2.4. <i>Autres procédés de découpe grossière par enlèvement mécanique de matière</i>	35
3. Les procédés de découpe fine par enlèvement mécanique de matière	36
3.1. <i>La découpe à la scie à fil diamanté</i>	36
3.2. <i>La découpe à la scie à disque de précision</i>	39
4. Les procédés de découpe haute énergie	40
4.1. <i>La découpe par procédé plasma</i>	41
4.2. <i>Les techniques de découpe par procédé laser (CO₂ ou YAG)</i>	41
4.3. <i>Les techniques de découpe au jet d'eau</i>	48
4.4. <i>La découpe par électroérosion</i>	53

5. Conclusion	56
Annexes	58

LES TECHNIQUES D'ENROBAGE..... 63

1. Introduction.....	63
2. Les résines d'enrobage à chaud	64
3. Protection des bords	65
4. Les résines d'enrobage à froid	65
5. Imprégnation sous vide.....	66
6. Enrobages métalliques.....	67
7. Marquage des échantillons.....	67
8. Conclusion	68

L'ART DU POLISSAGE..... 69

1. Introduction.....	69
2. Les différentes applications du polissage dans les différents corps de métiers	69
2.1. <i>Applications en optique</i>	69
2.2. <i>Les outils et les abrasifs en mécanique de précision</i>	71
2.3. <i>Les supports à travers les âges</i>	72
2.4. <i>Les procédures mises en œuvre</i>	72
3. Les étapes du polissage en métallographie	72
3.1. <i>Le rodage ou meulage</i>	73
3.2. <i>Le pré-polissage</i>	73
3.3. <i>Le polissage grossier</i>	74
3.4. <i>Le polissage fin</i>	77
3.5. <i>Les supports</i>	78
3.6. <i>La finition</i>	81
3.7. <i>Le nettoyage</i>	81
3.8. <i>Caractérisation de l'état de surface obtenu</i>	82
4. Le matériel de polissage.....	83
4.1. <i>Le polissage manuel</i>	83
4.2. <i>Le polissage automatique</i>	84
5. Le polissage et l'observation analytique au microscope électronique à balayage.....	84
5.1. <i>Intérêt du polissage pour l'observation au MEB</i>	84
5.2. <i>Astuces et artefacts</i>	85
6. Conclusion	85

LE DECAPAGE ET LES ATTAQUES METALLOGRAPHIQUES DES SURFACES POUR L'OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE 87

1. Besoins et enjeux	87
2. Préparation pour l'examen des faciès de rupture au microscope électronique à balayage.....	87
3. Préparation des échantillons pour la caractérisation au microscope électronique à balayage, des microstructures sur coupe polie.....	87
3.1 <i>Attaques métallographiques par voie chimique</i>	88

3.2 Polissage et attaque électrolytique	91
3.1. Autres possibilités	93
4. Artefacts possibles.....	94
5. Conclusion	95
6. Annexes	96
6.1. Quelques références de documents normatifs.....	96
6.2. Législation du travail (plan de prévention et analyse des risques).....	96
6.3. Quelques exemples de réactifs courants	96
LA METALLISATION	97
1. Introduction.....	97
2. Pourquoi métalliser?.....	98
3. Faut-il toujours métalliser?	99
4. Quels dépôts réaliser?	101
5. Les différentes métallisations.....	103
5.1. L'évaporation.....	103
5.2. La pulvérisation	105
5.3. La formation de la couche.....	107
5.4. Les mesures d'épaisseur	107
5.5. Les accessoires complémentaires	110
6. Effets et applications.....	110
6.1. Effets de la pression, de la température et du potentiel, effet de la nature de la cible.....	110
6.2. Exemples de dépôt	111
7. Conclusion	113
LA PREPARATION D'ECHANTILLONS MINCES	115
1. Introduction.....	115
2. Préparation des échantillons minces	117
2.1. Lames de trois millimètres de diamètre pour les matériaux massifs	117
2.2. Grilles support pour les matériaux divisés.....	117
3. Techniques de préparation d'objets pour la microscopie en transmission	118
3.1. Sciage	121
3.2. Prélèvement.....	123
3.3. Polissage.....	124
3.4. Meulage concave « Dimpler ».....	126
3.5. Amincissement électrolytique ou chimique	127
3.6. Amincissement ionique pour la microscopie électronique en transmission	131
3.7. Tripode	134
3.8. Ultramicrotome.....	134
LA PREPARATION D'ECHANTILLONS PAR MICROSCOPE DOUBLE FAISCEAU POUR OBSERVATIONS PAR MEB EQUIPE D'UN DETECTEUR STEM OU PAR MET	137
1. Introduction.....	137
2. Fonctionnement du microscope à faisceau d'ions.....	137

2.1.	<i>Eléments du système de vide</i>	138
2.2.	<i>La source d'ions</i>	138
2.3.	<i>La colonne ionique</i>	140
2.4.	<i>Le porte échantillon et la chambre – objet</i>	140
3.	Les interactions ions – matière	141
3.1.	<i>Implantation des ions gallium et amorphisation du cristal traversé : cas de la réalisation d'une lame mince ou d'une section transverse</i>	143
3.2.	<i>Emission d'électrons et d'ions secondaires</i>	145
3.3.	<i>Canalisation des ions</i>	147
3.4.	<i>Rendement de pulvérisation</i>	149
3.5.	<i>Dépôt</i>	151
4.	Réalisation de lames minces pour la microscopie électronique en transmission	154
4.1.	<i>Introduction</i>	154
4.2.	<i>Principales étapes de la réalisation de la lame mince dans un microscope double faisceau</i>	154
4.3.	<i>Quelques exemples d'autres applications des microscopes double faisceau</i>	164
5.	Conclusion	166

LE MARQUAGE DE SURFACES DESTINE A LA PREPARATION D'ECHANTILLONS PAR ET POUR LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE..... 167

1.	Introduction	167
2.	Objectifs du marquage de surface pour la microscopie électronique à balayage	168
2.1.	Propriétés des surfaces observées par microscopie électronique à balayage	168
2.2.	<i>Propriétés du marquage adaptées au MEB</i>	168
3.	Principe de la méthode de marquage de surface	170
3.1.	<i>Etape de la lithographie</i>	170
3.2.	<i>Etape de transfert additif</i>	177
3.3.	<i>Un exemple de processus complet de réalisation d'une microgrille</i>	179
4.	Applications	180
4.1.	<i>Micro-grille, essai de fluage ex-situ et analyse EBSD</i>	181
4.2.	<i>Essai mécanique in-situ (MEB)</i>	183
5.	Conclusion	185

LA PREPARATION DES MATERIAUX MOUS..... 187

1.	Introduction	187
2.	Objectif des méthodes de préparation	187
3.	Préparation par fracture	187
3.1.	<i>Cohésion interne dans les matériaux composites</i>	188
3.2.	<i>Dispersion et analyse de charges</i>	188
4.	Préparation par coupe	188
4.1.	<i>Une méthode simple et rapide : la lame de rasoir</i>	189
4.2.	<i>La microtomie</i>	190
4.3.	<i>Préparation par sciage et polissage</i>	193
5.	Techniques complémentaires	193

5.1. <i>Le marquage sélectif</i>	194
5.2. <i>L'attaque chimique</i>	195
6. Particularités des matériaux biologiques.....	196
7. Conclusion	196

LA FIXATION DES ECHANTILLONS 197

1. Introduction.....	197
2. Echantillons massifs.....	197
2.1. <i>Fixation par collage</i>	198
2.2. <i>Fixation par serrage</i>	198
2.3. <i>Fixation par pointe</i>	199
3. Echantillons pour microanalyses.....	199
3.1. <i>Pour MEB</i>	199
3.2. <i>Pour microsonde électronique</i>	201
4. Poudres, poussières et particules fines	201
5. Fibres.....	203
6. Echantillons minces	205
7. Applications particulières	207
7.1. <i>Analyse EBSD</i>	207
7.2. <i>Echantillons hydratés</i>	207
7.3. <i>Echantillons biologiques</i>	208
8. Conclusion	209

LA MANIPULATION ET LA CONSERVATION DES ECHANTILLONS..... 211

1. Introduction.....	211
2. La manipulation des échantillons.....	211
2.1. <i>Introduction</i>	211
2.2. <i>La manipulation des échantillons dans les techniques d'analyse de surface</i>	211
2.3. <i>La manipulation des échantillons dans le microscope électronique à balayage et en microanalyses</i>	212
3. La conservation des échantillons	212
3.1. <i>Les sources de contaminations lors du stockage</i>	213
3.2. <i>Le stockage des échantillons dans les techniques d'analyse de surface</i>	214
3.3. <i>Le stockage optimisé des échantillons en vue des observations et analyses au MEB</i>	214
4. Le transport des échantillons.....	215
5. Conclusion	216