



Laboratoire CIMAP – UMR6252

METAR : Microscopie Électronique en Transmission Analytique avec résolution atomique

Objectifs du projet

Le projet « Microscopie Électronique en Transmission Analytique avec Résolution atomique (METAR) » porte sur l'acquisition d'un spectromètre analytique de pertes d'énergie des électrons jumelé avec une caméra d'acquisition directe de dernière génération. Ce nouvel équipement très performant et encore absent des centres de microscopies en France vient compléter le microscope JEOL ARM 200F doublement corrigé déjà présent sur le site de Caen et va permettre de cartographier à l'échelle atomique la composition chimique d'édifices cristallisés avec une vitesse d'acquisition et une sensibilité incomparables. Par ailleurs, ce nouveau spectromètre possède une résolution en énergie pouvant aller jusqu'à 90 meV au niveau du « zéro loss » (faisceau transmis) et une gamme d'énergie de 30 meV par canal pour la meilleure dispersion. Une couverture spectrale de 3000 eV assure également une détection plus complète des seuils d'énergies des différents éléments et donc une quantité d'information plus importante. Ces nouvelles aptitudes ouvrent des perspectives inédites en matière d'exploration de la matière puisqu'elles offrent la possibilité à la fois d'analyser des objets sensibles à l'échelle atomique (objets nanométriques, expériences in situ, ...) au faisceau d'électrons (80 kV ou 200 kV) générés par le microscope avec une meilleure résolution en énergie et de s'affranchir en partie des problématiques liées à la dérive mécanique à cette échelle lors des analyses spectroscopiques des colonnes atomiques. Ce projet nécessite la mise à jour informatique des logiciels qui pilotent le microscope et les spectromètres. Des améliorations de l'environnement du microscope sont aussi incluses dans le projet METAR pour optimiser la stabilité mécanique de tout l'équipement lors des analyses. Ces dernières portent essentiellement sur la stabilisation de la température de la pièce par des panneaux radiants verticaux alimentés par un circuit d'eau de température régulée et disposés sur les murs de la pièce. Un onduleur est également prévu afin de préserver le microscope et le spectromètre lors de coupures électriques. Enfin, les perturbations magnétiques ont été minimisées par une optimisation du compensateur de champ déjà présent.

Moyens mis en œuvre

Le spectromètre post-colonne est fourni par la société GATAN et le modèle est un GIF continuum doté d'une caméra K3 à détection directe.



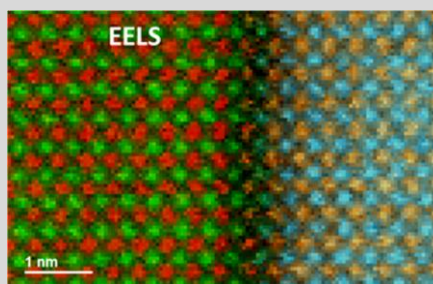
La mise à jour informatique consiste à installer la nouvelle version du logiciel « TEMCENTER » du microscope ainsi que les pilotes des spectromètres compatibles avec windows 10. Deux écrans et un PC sont inclus dans cette opération.

Les panneaux radiants permettent de réguler de manière constante la température de la pièce limitant ainsi l'utilisation de climatisations sources de perturbations sonores potentiellement gênantes lors des acquisitions à l'échelle atomique. Un onduleur permet de protéger les équipements lors de coupures électriques non prévues.



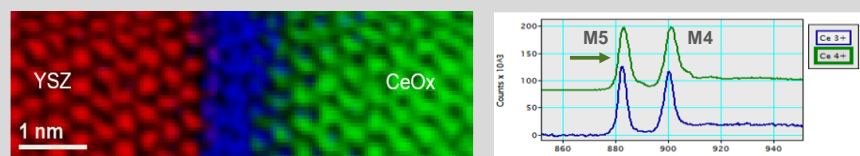
Résultats / impacts attendus

Le spectromètre GIF continuum K3 va permettre de réaliser des études fines sur les compositions chimiques des matériaux à l'échelle atomique avec une vitesse d'acquisition 10 fois plus rapide que l'ancien spectromètre (GIF QUANTUM ER). Cela présente un double avantage : une observation possible d'objets sensibles aux électrons et une dérive mécanique limitée lors de l'acquisition.



Cartographie chimique d'une interface STO/LFO obtenue grâce au couplage STEM-EELS. Pour chaque colonne atomique, nous pouvons extraire les spectres EELS et remonter à la nature des atomes présents mais aussi à leur état de valence par analyse de la signature des seuils énergétiques. (Sr, Ti, La, Fe, Données GATAN)

Au-delà de la cartographie chimique à l'échelle atomique, nous pourrions également cartographier les états de valence des atomes. Dans l'exemple ci-dessous (interface entre un oxyde de cérium et de la zircon stabilisée à l'oxyde d'yttrium, données GATAN), le décalage de l'ordre de 1 eV des seuils M5 (883 eV) et M4 (901 eV) d'énergie observé en mode spectre traduit un changement de l'état de valence Ce³⁺ à Ce⁴⁺ du cérium et cette différence peut être cartographier par des traitements numériques de spectres et des reconstructions d'images.



Ces nouvelles approches à une échelle ultime vont permettre de franchir un nouveau pas dans la caractérisation des matériaux afin de mieux comprendre leurs propriétés et aller plus loin dans l'ingénierie des matériaux et la recherche de nouvelles propriétés.