

La microscopie électronique en transmission exploite les interactions entre un faisceau d'électrons de longueur d'onde λ et un échantillon mince (épaisseur $<100\text{nm}$). Le MET permet d'obtenir des informations sur **la morphologie** (taille, forme, distribution des objets, ...) et **la microtexture** (localisation et arrangement mutuel des phases, orientation des domaines cohérents) de l'échelle micrométrique jusqu'à l'échelle atomique, **la structure** via la diffraction électronique (cristallinité, groupe d'espace, paramètres de maille, distribution de phases) et **la composition chimique** via la spectroscopie par dispersion d'énergie des rayons X (EDS) d'objets et de matériaux.

La spectroscopie des pertes d'énergie des électrons (EELS) étudie la distribution en énergie des électrons ayant traversé l'échantillon. Cette technique est utilisée pour obtenir des **informations chimiques** (composition, environnement chimique) ainsi que **la structure électronique** d'un échantillon.

Les matériaux observés peuvent être très variés: matériaux massifs, dépôts ou films minces, poudres, fibres... et de nature très diverses : polymères, métaux, carbones, silices, composites, ...



PHILIPS – CM20

Tension d'accélération	200 kV
Source d'émission	Monocristal de LaB_6
Résolution	0.14 nm
Porte Objet	Simple tilt +/- 60° Refroidissant double tilt (azote liquide) +/- 30°
Analyse chimique EDX	détecteur EDAX logiciel IDFix
Caméra	Gatan Orius – GMS2

La préparation des échantillons est une étape primordiale car ils doivent être minces afin d'être « transparents » aux électrons (quelques dizaines de nm). L'ICMN dispose d'expertises et d'équipements en ultramicrotomie, en amincissements mécanique et ionique.

Le laboratoire dispose d'un microscope PHILIPS CM20 conventionnel opérant à 200kV. Il est également impliqué dans la plateforme régionale de microscopie de la Région Centre-Val de Loire qui possède un microscope TEM / STEM ARM JEOL 200CF double corrigé (image et sonde) équipé d'EDS et EELS.

Modes de fonctionnement

- Imagerie conventionnelle en modes champ clair et champ sombre
- Imagerie Haute Résolution
- Diffraction Électronique en Aire Sélectionnée (SAED)
- Analyse chimique par spectroscopie par dispersion d'énergie (EDS)

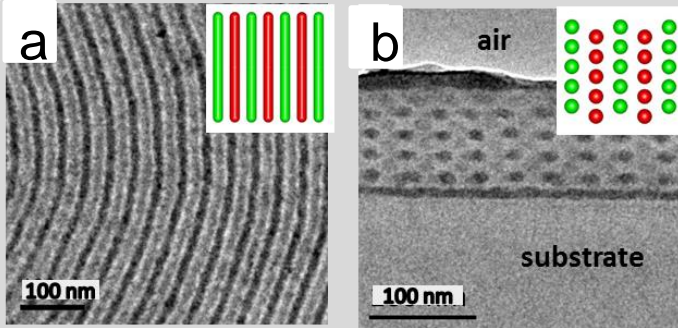


Contacts : met-icmn@cnrs-orleans.fr

Caroline Andreazza, Sylvie Bonnamy, Fabienne Warmont

Exemples d'applications

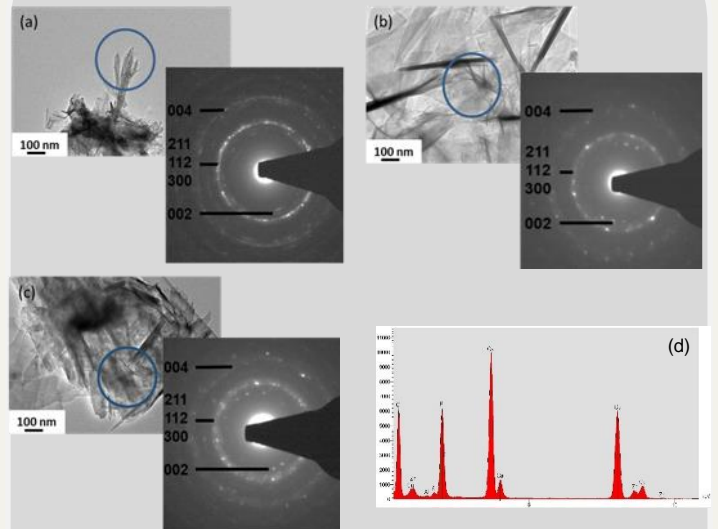
Films minces nanostructurés de polymères [1]



Film mince de copolymères à blocs ISP (Poly(Isoprène-b-Styrene-b-2vinylpyridine) marqués à l'iode (P2VP) et à l'osmium (PI)
 (Modèle Vesta en insert : ● Poly-isoprène
 ● Poly-(vinyl-2pyridine)

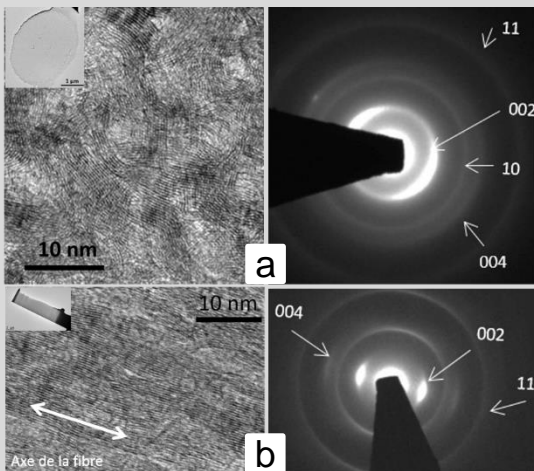
a) Vue plane
 b) Vue en section transverse (préparation par ultramicrotomie).

Revêtements d'hydroxyapatite [2]



Microtextures d'hydroxyapatites déficitaires en calcium élaborées par sono-électrodéposition et leur SAED correspondantes : (a) de type aiguilles; (b) et (c) de type plaquettes lamellaires.
 (d) Spectre EDX

Fibres de carbone ex-cellulose [3]

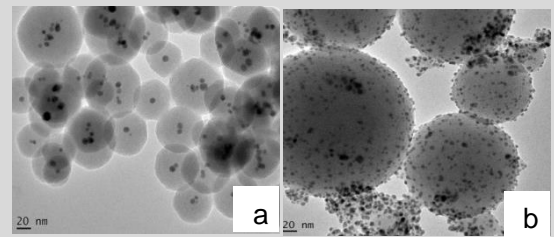


Fibres de carbone traitées à 2410° C. Lames minces obtenues par amincissement FIB (Focussed Ion Beam).

Images haute résolution en franges de réseau et diagrammes de diffraction électronique

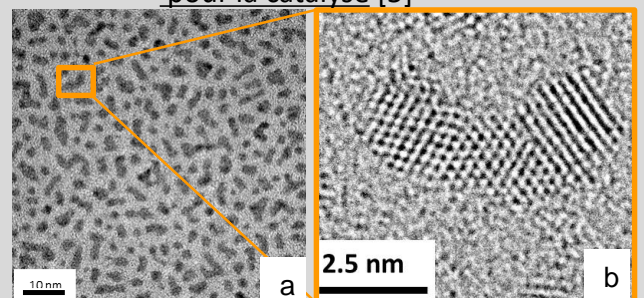
(a) Section transversale. (b) Section longitudinale.

Nanoparticules Ag@silice pour de nouveaux matériaux antibactériens et antifongiques [4]



a) morphologie cœurAg-coquille silice,
 b) particules d'argent à la surface des billes de silice.

Nanoparticules bimétalliques PtAg pour la catalyse [5]



a) imagerie conventionnelle montrant la morphologie et la répartition sur le support,
 b) image haute résolution montrant la cristallinité des nanoparticules.

Références :

- [1] Thèse Aynur Guliyeva – Université d'Orléans – 2019.
- [2] F. Olivier, Q. Picard, S. Delpeux-Ouldriane, J. Chancolon, F. Warmont, V. Sarou-Kanian, F. Fayon and S. Bonnamy, *Surface and Coatings Technology* 389, 125507, 2020.
- [3] Contrat FORCE, L. Oulanti, N. Mathieu, F. Warmont et S. Bonnamy.
- [4] A. Diagne, B. Noel Diop, L. S. Tounkara, C. Andrezza, M. Sembène, *Global Advanced Research Journal of Agricultural Science* 7, 12, 377-382, 2018.
- [5] Thèse Jérôme Pirart – Université d'Orléans – 2018.