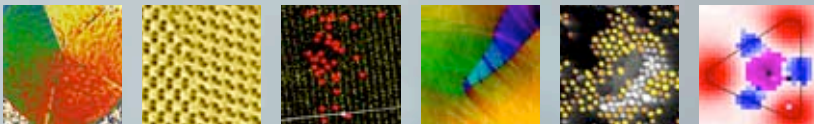


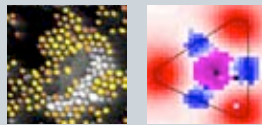


CENTRE NATIONAL
DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



Mise en place d'un réseau national de plateformes en Microscopie Electronique et Sonde Atomique [METSA]





Récents développements en MET et SA

Avec l'arrivée depuis une dizaine d'années de nouveaux systèmes optiques permettant de corriger les aberrations des lentilles (correcteurs de Cs et bientôt correcteur de Cc), de monochromateurs permettant d'obtenir des faisceaux mieux résolus en énergie, le développement de caméras CCD et de spectromètres de plus grande dynamique et de meilleure résolution et la mise au point de porte objets originaux, la MET a indiscutablement progressé vers des mesures quantitatives à des échelles subnanométriques.

Ces études locales concernent:

- Les mesures de structure locale par des techniques de microscopie à haute résolution (HRTEM et HRSTEM) avec des résolutions ultimes inférieure à 0.1 nm
- Les études de structures électroniques et de composition chimique par des techniques de spectroscopie de pertes d'énergie des électrons (EELS) avec des résolutions spatiales de l'ordre de 0.2 nm et des résolutions en énergie inférieure à 0.3 eV
- Les mesures locales de champs électrostatiques, magnétiques et de contrainte par des techniques d'holographie électronique
- Les études in-situ qu'elles soient sous atmosphère, en températures, sous contraintes, sous champ électrique ou sous rayonnement photonique.
- Les mesures de diffraction quantitative à l'aide d'un système de précession des électrons et d'un détecteur spécifique (image plate, électromètre)
- Les mesures d'aimantation et de configuration magnétiques par microscopie de Lorentz
- Les études locales 3D en Sonde Atomique
- Les observations haute résolution d'objets congelés pour les études de la matière molle

En outre, les développements en tomographie (à la fois instrumentaux et dans des codes de reconstruction tridimensionnelle) permettent maintenant d'obtenir des informations tridimensionnelles de l'objet étudié.

Ces développements ont naturellement trouvé des applications dans des domaines de recherche académiques ou industriels sur divers classes de matériaux:

• Les matériaux et systèmes semi-conducteurs

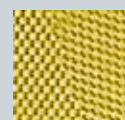
- ↪ Influence des contraintes sur les propriétés électroniques dans les dispositifs
- ↪ Profils de dopants
- ↪ Structure et chimie des nanofils

• La catalyse

- ↪ Structure et relaxation de nanoparticules,
- ↪ Rôle des surfaces sur les propriétés catalytiques
- ↪ Variations de composition locale

• Les matériaux magnétiques

- ↪ Mesures locales d'aimantation
- ↪ Configurations magnétiques
- ↪ Processus de retournement



• Les matériaux de structure

- ↪ Mesures locales des déformations
- ↪ Rôles des défauts et des précipités sur les propriétés mécaniques
- ↪ Superplasticité

• Les céramiques avancées (oxydes, nitrures, carbures ...)

- ↪ Structure, composition et structure électronique locales
- ↪ Détection et analyse de structures complexes (nouvelles charpentes, oxyde modulé)
- ↪ Composites nano-structurés multiphasés, revêtements

• Les matériaux carbonés

- ↪ Nanotubes de carbone
- ↪ Fullerènes
- ↪ Graphène

• L'étude de la matière molle

- ↪ Polymères, fluides complexes, interface solide-liquide
- ↪ Biophysique et interfaces avec les nanotechnologies

L'utilisation optimale de ces nouvelles possibilités d'analyse nécessite des appareillages coûteux qu'il n'est pas envisageable de multiplier sur l'ensemble du territoire ainsi qu'une expertise dans les différentes techniques.



METSA

Un réseau de plateformes de MET et SA

Le CNRS et le CEA en concertation avec le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche a mis en place un réseau national de Plateformes de Microscopie Electronique et Sonde Atomique de haut niveau dont les objectifs sont multiples.

Il doit permettre :

- ↪ *D'offrir aux chercheurs académiques et industriels de la communauté nationale et internationale l'accès à des moyens uniques en MET et SA associés à des compétences scientifiques permettant de répondre à des problèmes (physique, science de la matière condensée, sciences de la terre et de l'univers, environnement, biophysique...) qui ne trouvent pas de réponse dans les techniques de MET "conventionnelles" **en prenant en charge les coûts d'utilisation des appareillages et des missions.***
- ↪ *D'inciter aux développements instrumentaux, méthodologiques et en modélisation spécifiques à la microscopie électronique en transmission puis en faire bénéficier toute la communauté afin d'accroître sa participation à l'échelon européen et international.*
- ↪ *D'impulser toute forme de formation (stages, workshops...) et de communication (développement d'un site web, opérations de communication, articles scientifiques et de vulgarisation...) sur les dernières potentialités en matière de microscopie électronique en transmission.*
- ↪ *De conseiller à leurs demandes, les tutelles ou les équipes-projets pour l'implantation de nouveaux équipements MET et leurs applications en vue de favoriser tout effort de mutualisation, de développement et de complémentarité à partir de l'environnement existant.*

Ce réseau a quatre axes d'activité majeurs : le réseau, l'accueil, la formation et la recherche (scientifique et instrumentale). Il n'est pas une structure figée, ni une strate administrative supplémentaire mais un lieu favorisant les échanges, les capacités créatives et le développement optimisé en MET et sonde atomique afin de rendre notre communauté plus performante, compétitive, visible et accessible dans l'environnement international.

METSA : Organisation

Dans le cadre de ce réseau METSA, les laboratoires partenaires se sont engagés avec leurs tutelles (Ministère, CNRS, CEA, Universités) à ouvrir certains de leurs appareils un nombre déterminé de journées par an.

Ce réseau est organisé aujourd'hui autour d'un comité de coordination et d'un comité de programmes:

- **Le comité de coordination** a la charge de la gestion administrative et financière du réseau et assure l'interface entre les laboratoires partenaires, les institutions (Ministère, CNRS, CEA). Chaque année, il transmet aux tutelles et au comité de programme le nombre de journées disponibles pour l'accueil d'utilisateurs sur chaque instrument. Après avis du comité de programmes, il sélectionne les demandes d'expérience retenues.
- **Le comité de programmes** a la charge d'étudier les demandes d'accès aux appareillages (*voir la fiche de demande d'expérience*), de donner un avis sur leur qualité scientifique et leur adéquation aux instruments et aux compétences disponibles dans les laboratoires partenaires. Il propose des priorités et définit le nombre de journées à dédier à ces expérimentations.

METSA : Quels centres ?

Les six plateformes constituant à ce jour le cœur de ce réseau disposent d'un parc d'équipements uniques et de compétences spécifiques reconnus internationalement. Elles sont déjà partiellement complémentaires du point de vue de leurs équipements, de leurs compétences ou de leurs expériences.

Ce réseau a vocation à s'élargir à de nouvelles plateformes qui s'équiperont d'équipements et de spécificités originales.

Ci-dessous la liste des premiers laboratoires partenaires de METSA et le nom et email de leur correspondant local:

Le CEMES de Toulouse

E. Snoeck - email : snoeck@cemes.fr ☎ 05 62 25 78 91

Le LPS d'Orsay

O. Stéphan - email : stephan@lps.u-psud.fr ☎ 01 69 15 53 69

Le réseau MET-PACA

J. Thibault - email : jany.thibault@univ-cezanne.fr ☎ 04 91 28 90 87

Le PFNC CEA de Grenoble

P. Bayle Guillemaud - email : pascale.bayle-guillemaud@cea.fr ☎ 04 38 78 39 70

Le CLYM (Centre Lyonnais de Microscopie)

Th. Epicier - email : thierry.epicier@insa-lyon.fr ☎ 04 72 43 84 94

Le Pôle Normand Caen-Rouen

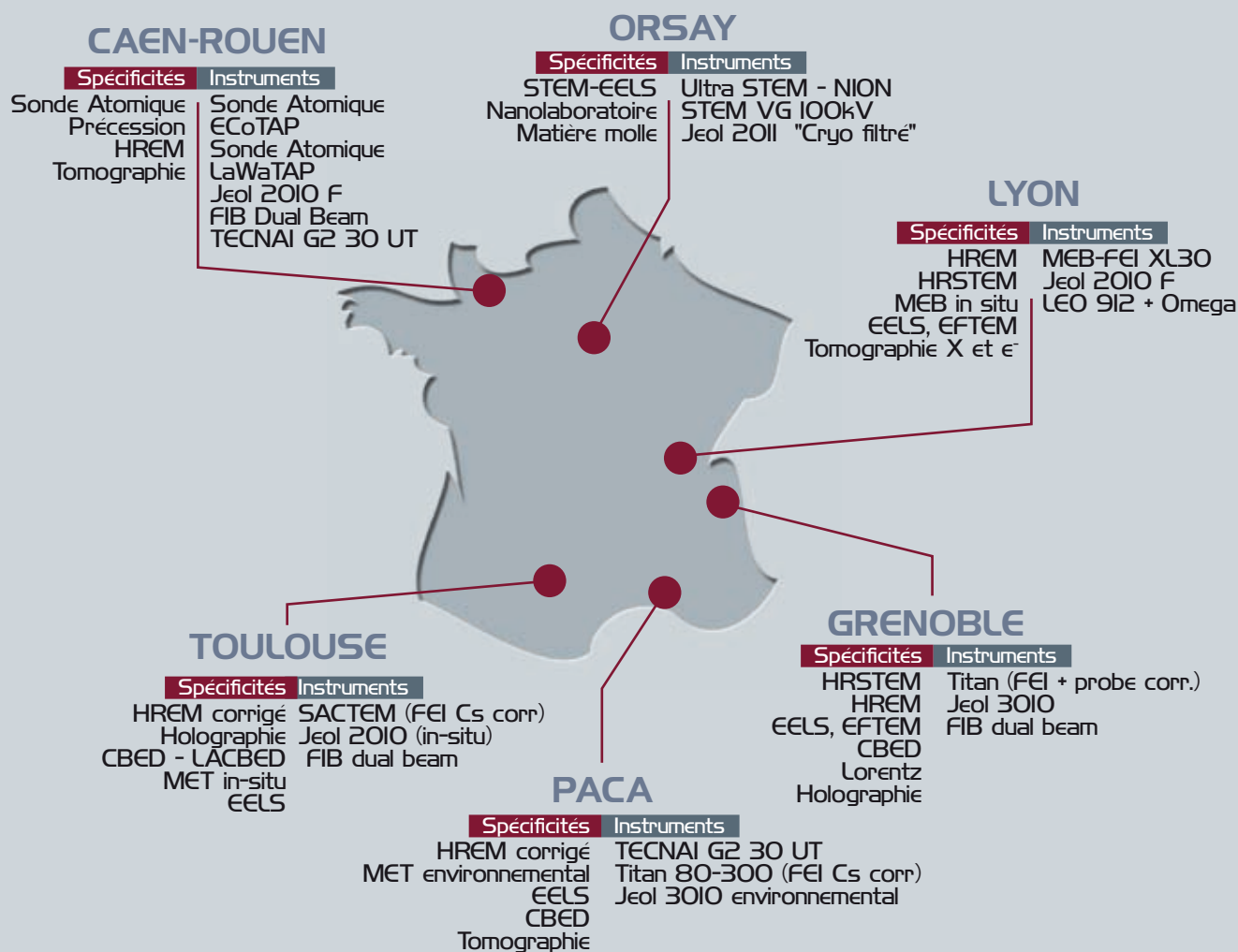
D. Pelloquin - email : denis.pelloquin@ensicaen.fr ☎ 02 31 45 26 51

P. Pareige - email : philippe.pareige@univ-rouen ☎ 02 32 95 50 47

L'ensemble de ces six plateformes offre des potentialités expérimentales uniques en :

- Microscopie Haute Résolution quantitative corrigée
- Holographie électronique (grand champ de vue et haute résolution)
- STEM/EELS haute résolution spatiale et énergétique
- EFTEM
- HAADF quantitatif
- Expérimentations in-situ (traction, température, sous atmosphère...)
- Microscopie de Lorentz
- Diffraction quantitative (cristallographie par les électrons)
- Tomographie électronique
- Cryomicroscopie en matière molle et sciences du vivant
- MET et MEB environnemental
- Nano-analyse (combinaison Sonde atomique / tomographie / MET)

Quels centres avec quelles compétences et quelles spécificités instrumentales ?



Instruments disponibles dans les 6 centres

CEMES - CNRS TOULOUSE

MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
FEI - SACTEM	<ul style="list-style-type: none"> HREM corrigé du Cs Holographie haute résolution et moyenne résolution Microscopie de Lorentz EFTEM CBED 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - FEG correcteur de Cs (résolution : 0.12 nm) Biprism rotatif GIF Tridiem (0.7 eV) Camera Gatan 2K x 2K
JEOL 2010	<ul style="list-style-type: none"> Manipulation in-situ sous contrainte et/ou en température Porte objet traction à RT 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - LaB6 Porte objet traction à RT Caméra SIS Megaview III 1392x1040 (20 images/s)
FIB XBI540	<ul style="list-style-type: none"> Préparation d'échantillon 	<ul style="list-style-type: none"> MEB-FEG Zeiss (Résolution : 1.1 nm) Colonne ionique Orsay Physics. Ions Ga/AuSi. (Résolution : 5 à 7 nm)

LPS - ORSAY

MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
Ultra-STEM Nion	<ul style="list-style-type: none"> STEM-EELS haute résolution spatiale (<0,1 nm) et énergétique (0,4 eV) + HAADF 	<ul style="list-style-type: none"> 100 kV - FEG froid Correcteur de Cs (sonde) résolution spatiale < 0.1 nm résolution en énergie < 0.4 eV
STEM VG 100kV	<ul style="list-style-type: none"> STEM-EELS 	<ul style="list-style-type: none"> 100 kV - FEG froid résolution spatiale > 0.7 nm résolution en énergie : 0.6 eV
JEOL 2011 cryoTEM filtré en énergie (GIF)	<ul style="list-style-type: none"> Objets biologiques et matière molle 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - LaB6 PO froid (N2 liquide) GIF Caméra
Préparation d'échantillons biologiques ou équivalents	<ul style="list-style-type: none"> Cryomicrotomie en atmosphère contrôlée Echantillons en atmosphère humide Vitrification He liquide Cryofracture 	

MET - PACA

MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
MET-3010 environnemental	<ul style="list-style-type: none"> In-situ environnemental 	<ul style="list-style-type: none"> 300 kV - LaB6 Cellule environnementale 0.21 nm sous pression de gaz Caméra
MET-G2 tomographique	<ul style="list-style-type: none"> Tomographie 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - LaB6 Pièce polaire large tilt (+/- 70°) Caméra 1K x 1K
Titan 80-300 Cs corrigé	<ul style="list-style-type: none"> HREM corrigée HAADF EELS 	<ul style="list-style-type: none"> 300 kV - FEG correcteur de Cs (résolution : 0.1 nm) Détecteur HAADF Caméra 2K x 2K EDX GIF Tridiem (0.7 eV)

PFNC - CEA - GRENOBLE

MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
Titan Probe Cs-corrected	<ul style="list-style-type: none"> HRSTEM-/ HAADF /EELS Holographie électronique Lorentz 	<ul style="list-style-type: none"> 300 kV FEG détecteur : HAADF correcteur de Cs (sonde) (résolution HRSTEM: 0.1 nm) PO tomographie Lentille de Lorentz Biprisme Caméra 2K x 2K GIF Tridiem (0.7 eV) EDX
JEOL 3010	<ul style="list-style-type: none"> Microscopie de Lorentz EFTEM 	<ul style="list-style-type: none"> 300 kV - LaB6 GIF 200 Caméra 1K x 1K PO chauffant et cryogénique
FIB Strata	<ul style="list-style-type: none"> Préparation d'échantillon 	<ul style="list-style-type: none"> Dual beam Micromanipulateur OMNIPROBE

CLYM - LYON

MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
MEB FEI XL30	<ul style="list-style-type: none"> MEB in-situ (environnemental, traction) 	<ul style="list-style-type: none"> FEG Dispositif de pression contrôlé (objets hydratés) Platine de déformation en traction Platine de chauffage 1500°C Détecteur d'électrons transmis (STEM et WET-STEM). Spectromètre EDX (EDAX) Tomographie
MET JEOL 2010F	<ul style="list-style-type: none"> HREM HRSTEM (HAADF) EELS - EDX 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - FEG STEM - HAADF PEELS (0.7 eV) Caméra 1K x 1K EDX

PÔLE NORMAND - ROUEN/CAEN

Sonde & MET	Expérimentations	Spécificités techniques et performances
Sonde ECoTAP	<ul style="list-style-type: none"> Analyse chimique à l'échelle atomique matériaux métalliques 	<ul style="list-style-type: none"> Détecteur aDLL Rélectron : résolution en masse (mi-hauteur : 500) Limite de détection ultime : 50 ppm, Microscopie Ionique (Hélium, Argon, Néon) Pulseur : 100 kHz Cryostat : 20-100 K Vide limite : 10⁻¹¹ mbar Tension d'évaporation : 1-15 kV Tilt porte objet : ±20° Volume moyen analysé : 10 × 100 × 500 nm³
Sonde LaWaTAP	<ul style="list-style-type: none"> Analyse chimique à l'échelle atomique matériaux métalliques et mauvais conducteurs 	<ul style="list-style-type: none"> Détecteur aDLL Laser femtoseconde (analyse matériaux mauvais conducteurs) Volume moyen analysé : 100×100 × 500 nm³ Microscopie Ionique (Néon) avec CCD Pulseur : 8kHz Cryostat : 15-100K Carrousel stockage : 24 positions Vide limite : 10⁻¹¹ mbar Tension d'évaporation : 1-15 kV
JEOL 2010 F	<ul style="list-style-type: none"> Cristallographie électronique HREM (résol. 2.4Å) Manipulation in-situ en température EDX 	<ul style="list-style-type: none"> 200 kV - FEG PO chauffant (1000°C) PO refroidi N2 (92K) PO refroidi He (10K) Caméra 1K x 1K SIS Keenview (20 images/s) précession EDX

METSA Fiche de demande d'expériences

1^{er} semestre 2009

à renvoyer avant le 15 novembre 2008 à : metsa@cemes.fr Fax 05 62 25 79 99

Titre du projet

Nom du responsable

Prénom

Laboratoire

Adresse

Tél

email

@

Equipes partenaires au projet (le cas échéant)

Thématiques scientifiques

Département du CNRS

Section CNU :

Description du projet

Type d'expérimentation (HREM corrigée, EELS, STEM HAADF, MEB in-situ, ...)

Type d'appareillage demandé (MET, STEM dédié, MEB, FIB, Sonde atomique)

Plateforme (CEMES, LPS, PACA, GEM Minatec, CLYM, Réseau Normand)

Nécessité d'expérimentations préliminaires

oui

non

Echantillon(s) déjà préparé(s) pour les expérimentations

oui

non

Nombre de journées d'expérience

Nombre de journées d'analyse des données

Période souhaitée

Nombre de visiteurs

Nom du contact local possible