

Cartographie chimique 3D par tomographie EFTEM pour la caractérisation des nanomatériaux hétérogènes

Ovidiu ERSEN¹, Simona MOLDOVAN¹, Ileana FLOREA², Lucian ROIBAN³

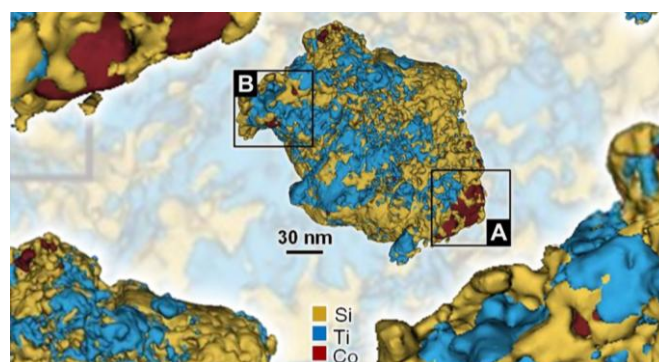
¹ Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS), UMR 7504 CNRS – Université de Strasbourg, 23 rue du Loess, BP43, 67034 Strasbourg Cedex 2, France, ovidiu.ersen@ipcms.unistra.fr, simona.moldovan@ipcms.unistra.fr

² Laboratoire de Physique des Interfaces et des Couches Minces (LPICM), École Polytechnique - CNRS, Route de Saclay, Bâtiment 408, 91128 Palaiseau, lenuta-ileana.florea@polytechnique.edu

³ Matériaux, Ingénierie et Science (MATEIS), INSA-Lyon, Université de Lyon, 7 Avenue Jean Capelle, 69621 Villeurbanne cedex – France, lucian.roiban@insa-lyon.fr

Pour permettre d'optimiser les propriétés des nanomatériaux et leur utilisation dans des applications, il est indispensable de résoudre l'ensemble de leurs caractéristiques. Si l'on prend comme exemple les matériaux de la catalyse hétérogène, la plupart sont des structures poreuses et des matériaux multiphasés, de morphologie et de distribution des composants souvent aléatoires dans les trois directions de l'espace. Pour obtenir des informations sur ces matériaux à une échelle nanométrique, il existe plusieurs techniques d'analyse, chacune avec sa propre sélectivité. Cependant, lorsqu'elles sont appliquées de manière traditionnelle (acquisition d'une image ou d'un spectre), ces techniques reposent sur l'analyse d'une projection de l'objet sur un plan, où les informations sont intégrées en épaisseur. Afin de résoudre les paramètres physico-chimiques dans les trois dimensions, il faut utiliser des techniques capables de reconstruire les volumes des objets à partir des observations bidimensionnelles, ce qui est le cas de la tomographie électronique. Dans le cas des matériaux inhomogènes, si le contraste en TEM ou en STEM-HAADF entre les différents composants est faible, la seule solution pour résoudre la composition chimique à 3D est l'utilisation de la tomographie EFTEM. Elle combine l'imagerie filtrée en énergie par spectroscopie EELS et l'approche tomographique. Ce nouvel outil est très puissant grâce à sa double sélectivité, au caractère 3D de l'objet à travers la tomographie et à sa composition chimique, par le choix d'un seuil d'ionisation appartenant à l'élément chimique d'intérêt. De cette manière, il est possible de déterminer la localisation spatiale à 3D de l'élément chimique choisi par le filtre. Cette technique est appelée à d'importants développements car les nouveaux dispositifs et matériaux nanométriques deviennent de plus en plus complexes du point de vue de l'organisation spatiale et de la composition chimique.

Dans cette contribution, le principe et la mise en œuvre expérimentale de la tomographie EFTEM seront exposés, ainsi que ses contraintes et limitations. Ses perspectives de développement et une comparaison directe avec d'autres techniques permettant de résoudre la composition chimique à 3D seront aussi abordées. Finalement, quelques applications de cette méthode à des problématiques typiques de la catalyse seront présentées : résoudre la distribution de différents phases dans un support mixte [2] ou encore la distribution sélective de la phase active sur ces phases présentes [3], étudier des phénomènes de dopage d'un nano-objet à l'échelle nanométrique [3] et d'oxydation d'une surface 3D.



Références

- [1] Midgley et al, Ultramicroscopy 2003.
- [2] Roiban et al, Microscopy and Microanalysis 2012.
- [3] Florea et al, Chem Cat Chem 2013.
- [4] Florea et al, JACS 2012.