



**HAL**  
open science

## Caractérisation 2D et 3D de nanopores de membrane de filtration polymère par FIB/MEB

Helene Roberge, P. Moreau, Estelle Couallier, Patricia Abellan

### ► To cite this version:

Helene Roberge, P. Moreau, Estelle Couallier, Patricia Abellan. Caractérisation 2D et 3D de nanopores de membrane de filtration polymère par FIB/MEB. Réseau d'Imagerie en Microscopie Electronique (RIME), Sep 2020, Autrans, France. hal-04212197

**HAL Id: hal-04212197**

**<https://hal.science/hal-04212197v1>**

Submitted on 20 Sep 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Caractérisation 2D et 3D de nanopores de membrane de filtration polymère par FIB/MEB

Hélène ROBERGE<sup>1,2\*</sup> Philippe MOREAU<sup>1</sup>, Estelle COUALLIER<sup>2</sup>, Patricia ABELLAN<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Nantes, CNRS, Institut des Matériaux Jean Rouxel, IMN, F-44000 Nantes, France

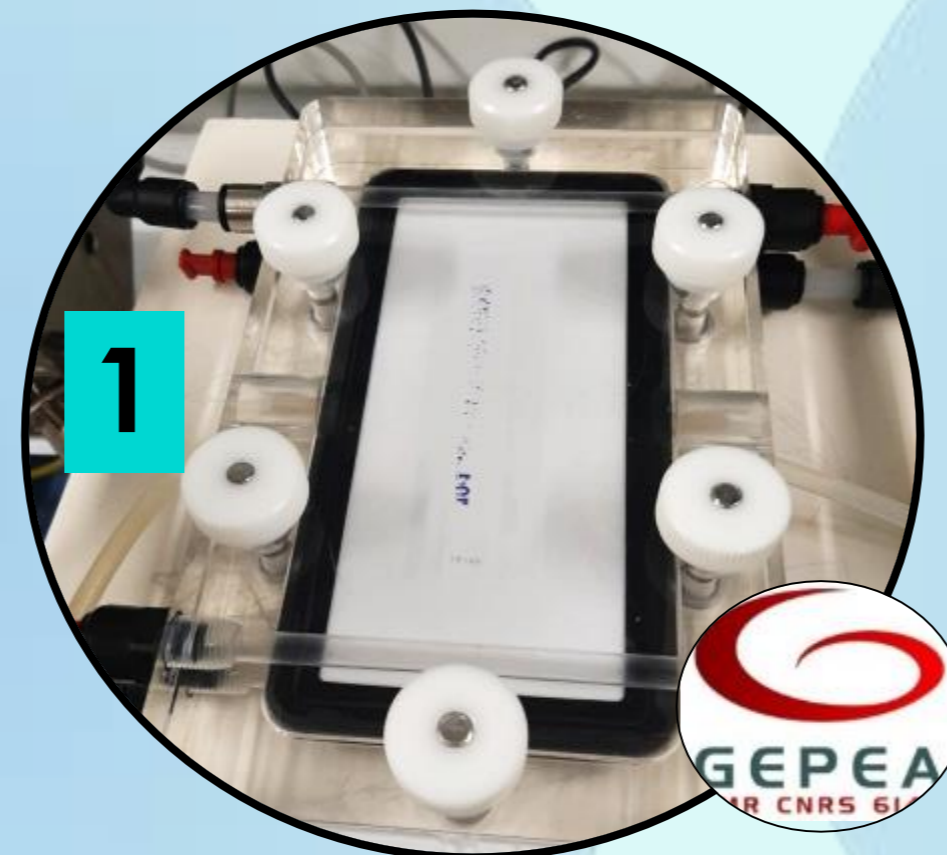
<sup>2</sup> Université de Nantes, CNRS, Laboratoire de Génie des Procédés, Environnement et Agroalimentaire, GEPEA, F-44600 Saint Nazaire, France

## Introduction

Les procédés de **filtration membranaire** permettent de **concentrer, séparer et purifier** les composants d'un mélange complexe en phase liquide. Le rôle principal de la membrane est de permettre la perméation d'un élément, tout en bloquant les autres en raison de leur taille. Récemment, ce procédé a été adapté pour la **valorisation des microalgues**. En effet, l'**ultrafiltration** et la **microfiltration** permettent la séparation des lipides et protéines des microalgues, en utilisant des membranes polymères ayant des **nanopores** (taille inférieure à 100 nanomètres). L'accumulation de biomolécules à la surface et dans le milieu poreux, appelée **colmatage** est un inconvénient bien connu de la filtration membranaire. La prévention du colmatage nécessite dans un premier temps une caractérisation détaillée de la structure poreuse des **membranes neuves**. Le microscope électronique à balayage (**MEB**) est généralement utilisé pour la caractérisation **2D** de ces nanopores en surface, le **FIB** (focused ion beam) couplé au **MEB** permet maintenant leur caractérisation en **3D**. Cette étude est particulièrement difficile car les membranes polymères sont **amorphes**, elles présentent **peu de contraste** et une **forte sensibilité** aux faisceaux d'électrons et d'ions.

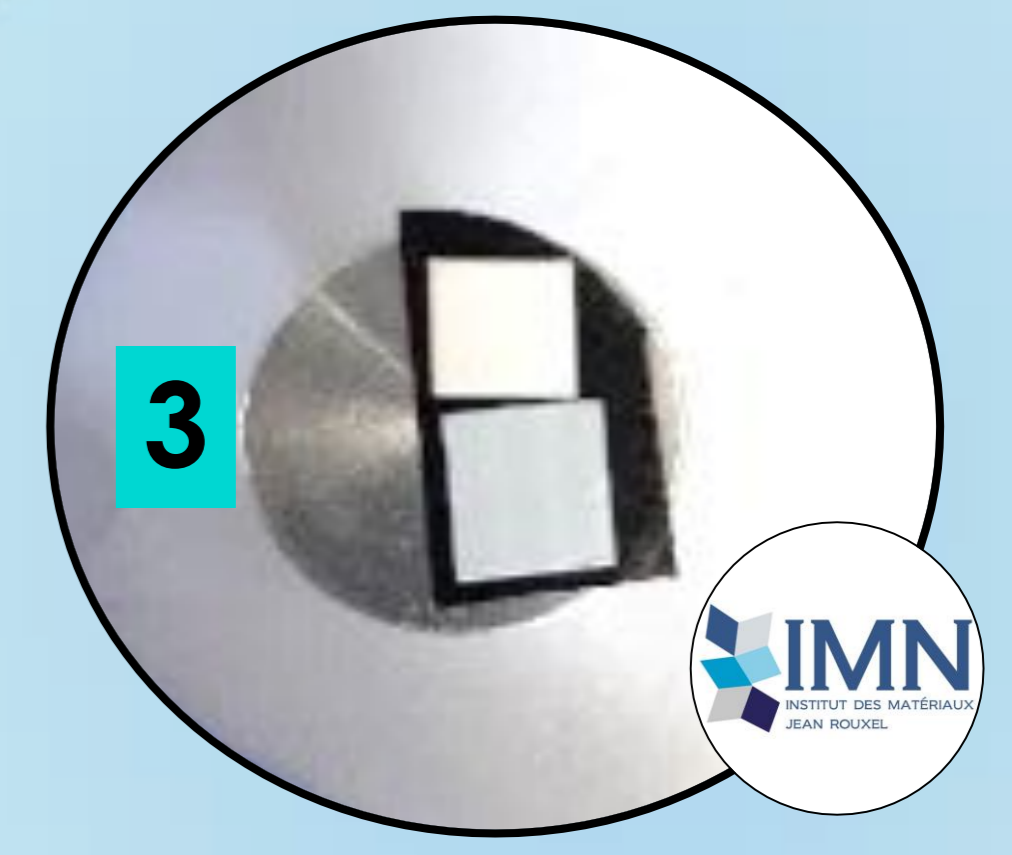
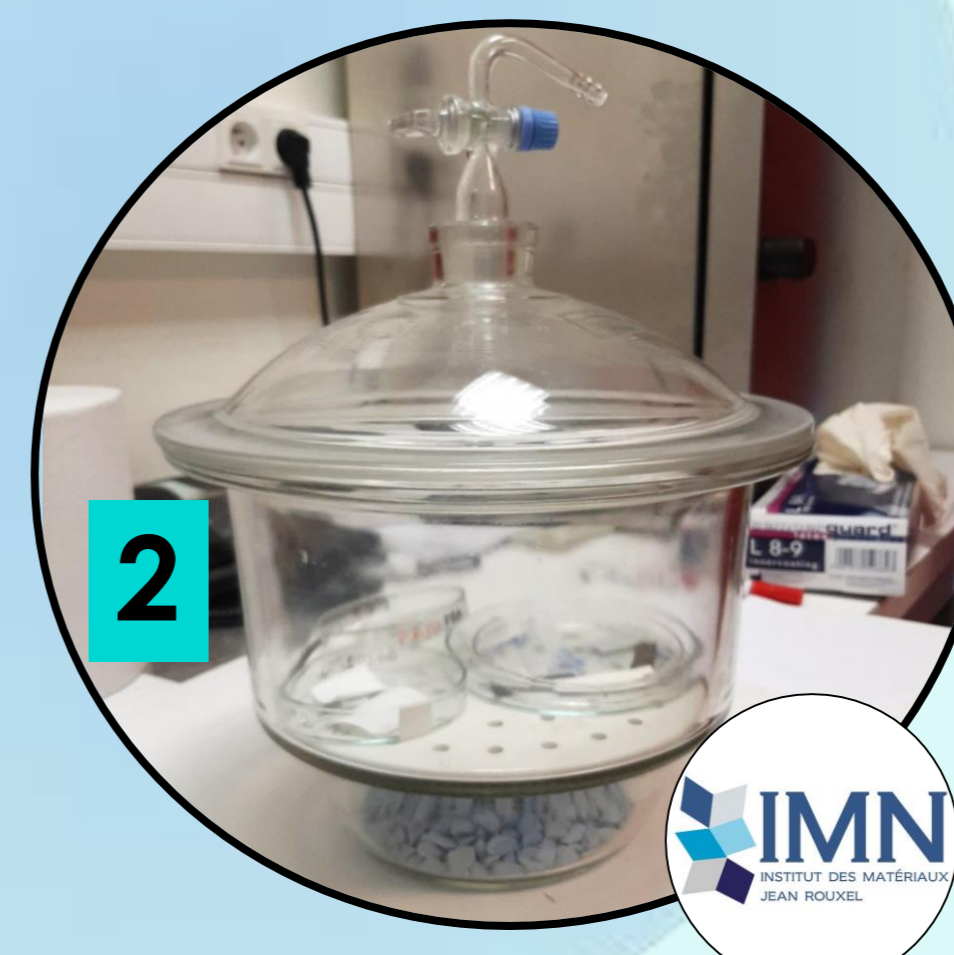
## Préparation des échantillons :

Membrane de type **PAN** (polyacrylonitrile, 30 nm, Orelis), composée de 3 couches : couche active supérieure ( $d_{\text{pore}} < 30 \text{ nm}$ ), couche macroporeuse et support fibreux



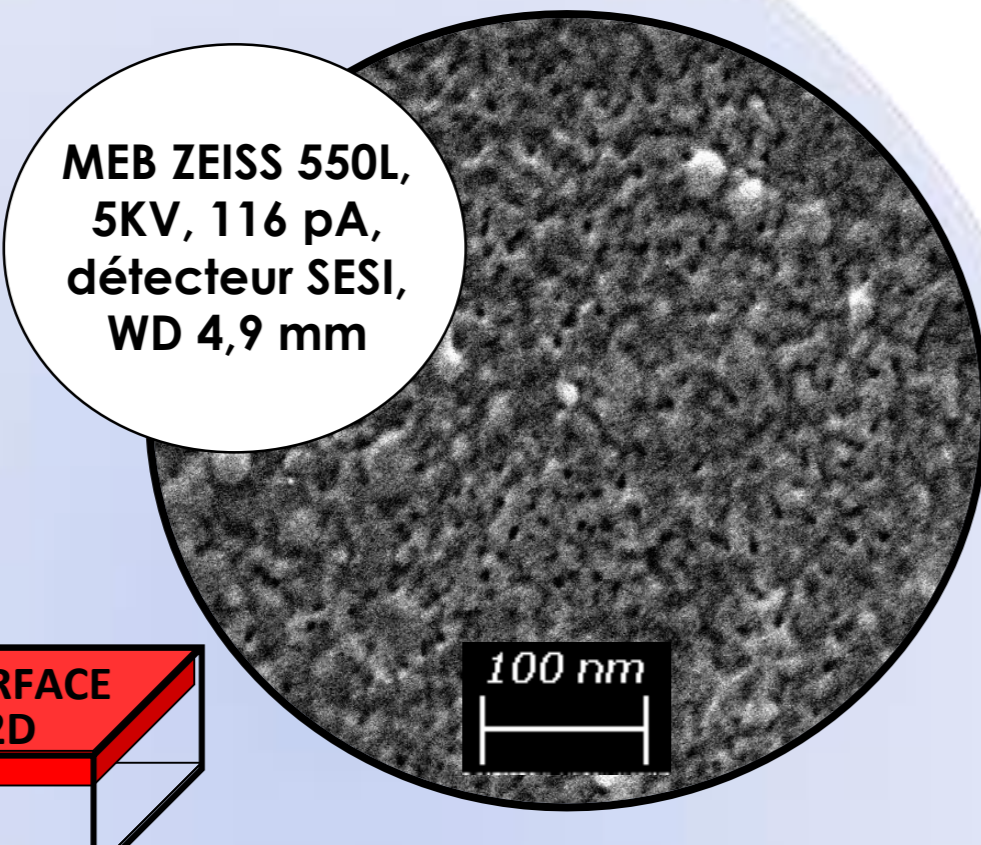
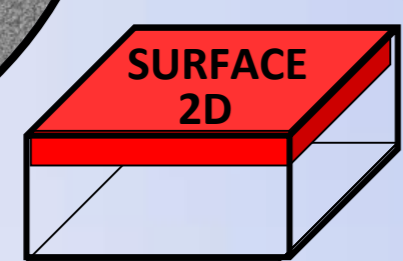
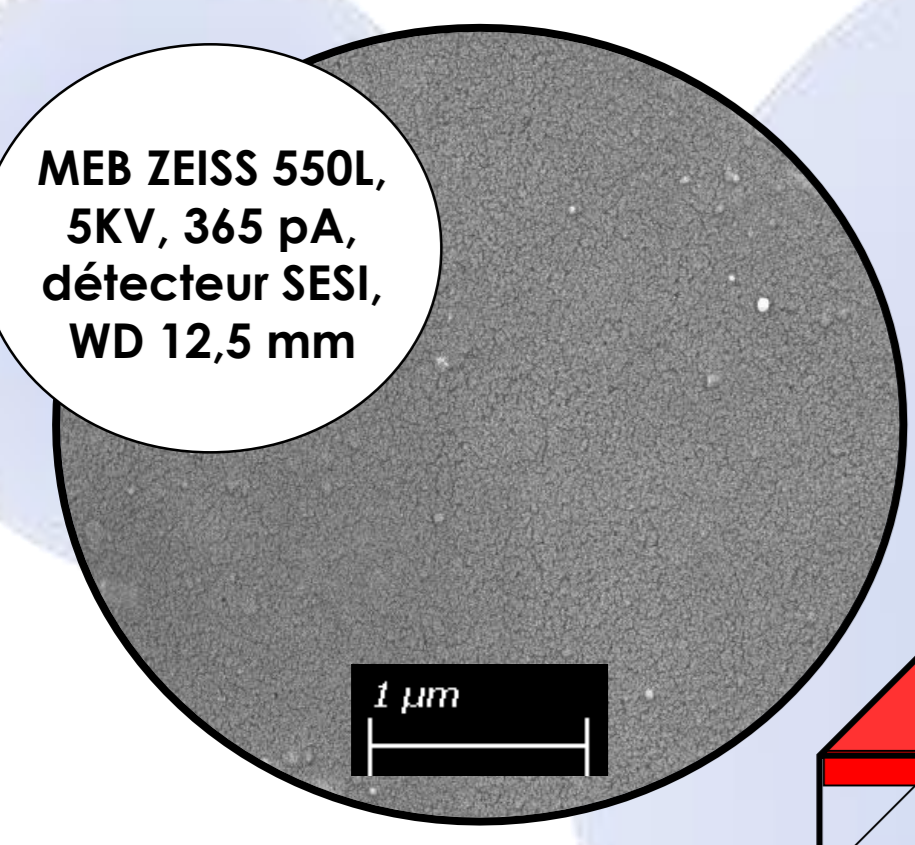
1 La membrane est nettoyée et conditionnée comme lors d'une filtration membranaire.

Puis elle est déshydratée sous vide dans un dessiccateur

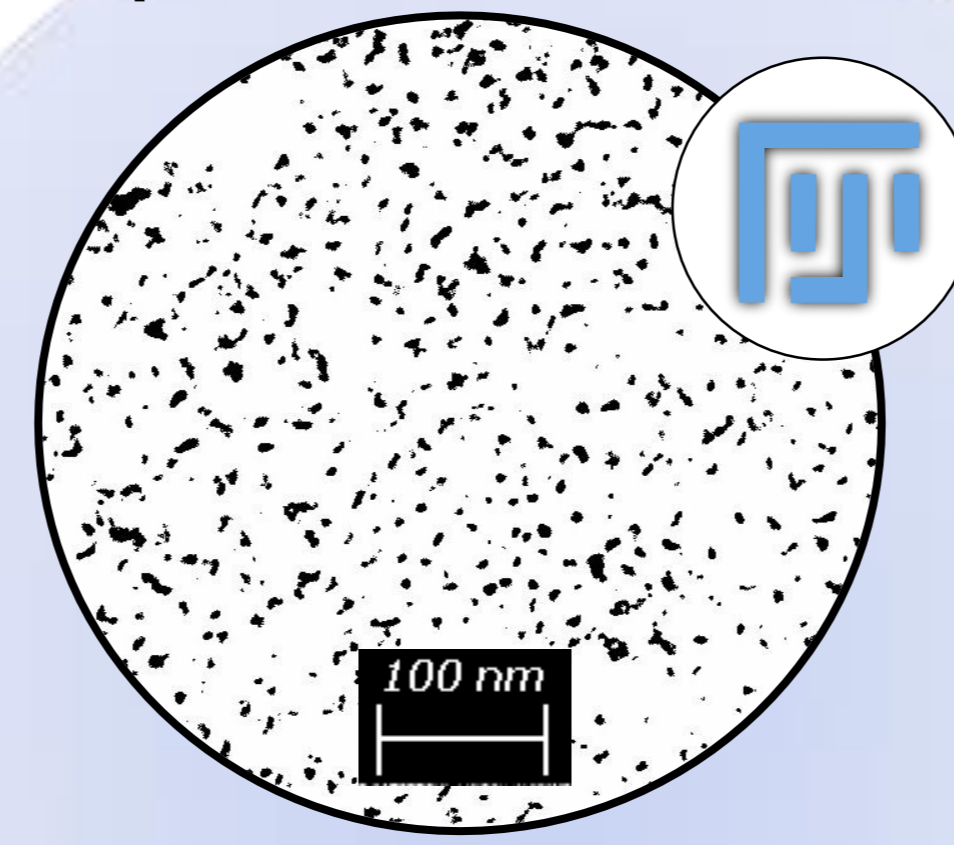


3 Enfin, elle est coupée, montée sur un plot et métallisée (1 à 5 nm de platine)

## Caractérisation 2D en MEB des nanopores de la surface d'une membrane polymère



x10



Réglages de mise au point, alignement et astigmatisme sur une zone proche. Optimisation des paramètres. Diminution de la WD et du courant. Décalage sur la zone ciblée et ajustement rapide du focus avant de faire une acquisition.

Segmentation et quantification des nanopores sur Fiji, taille de pixel 2 nm

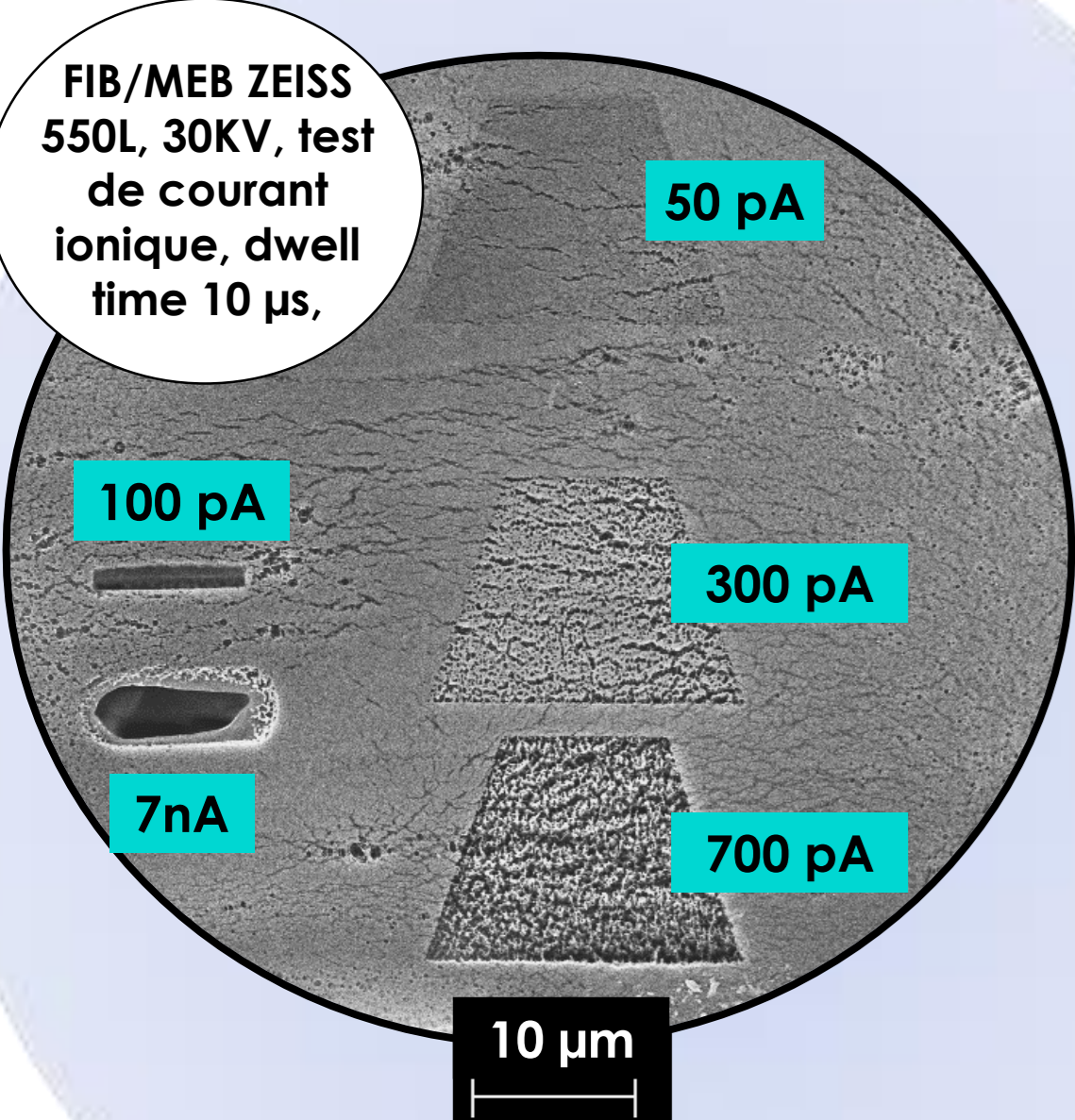
### Résultat préliminaire en 2D :

Les pores de la couche supérieure ont des diamètres **hétérogènes** inférieurs à **30 nm**.

Les limites sont la taille des pixels (2nm) et la **sensibilité** de l'échantillon au faisceau l'électrons. Après quelques balayages, la surface est endommagée.

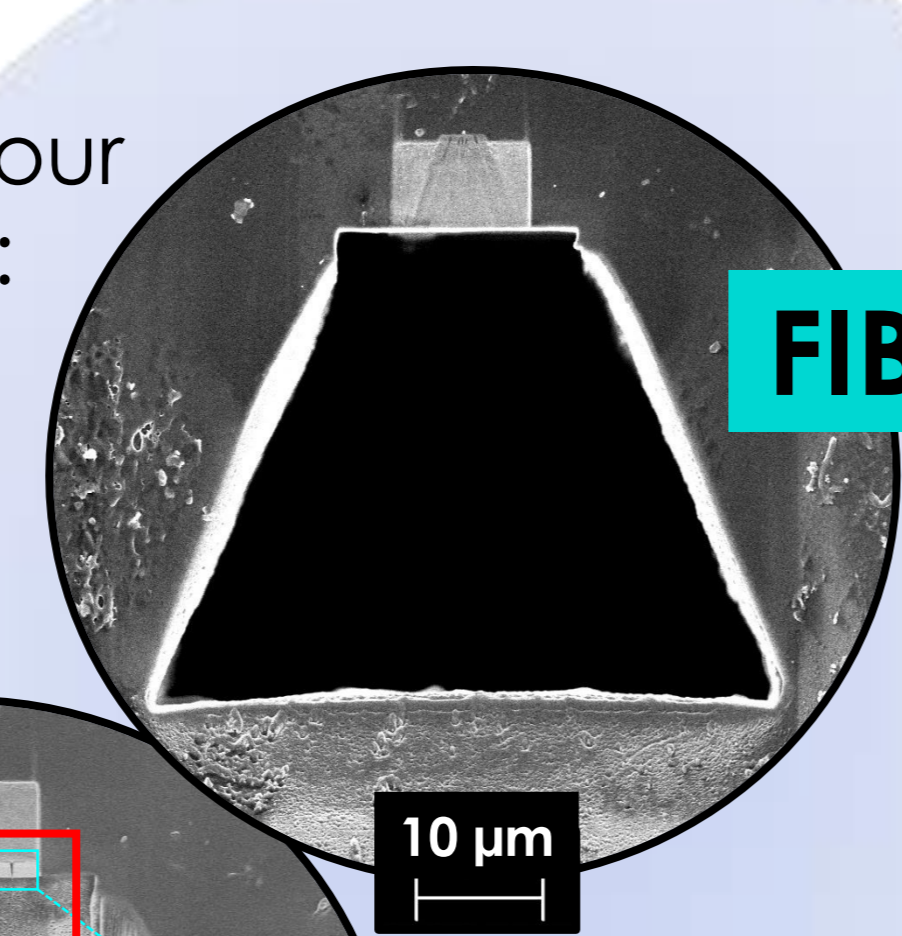
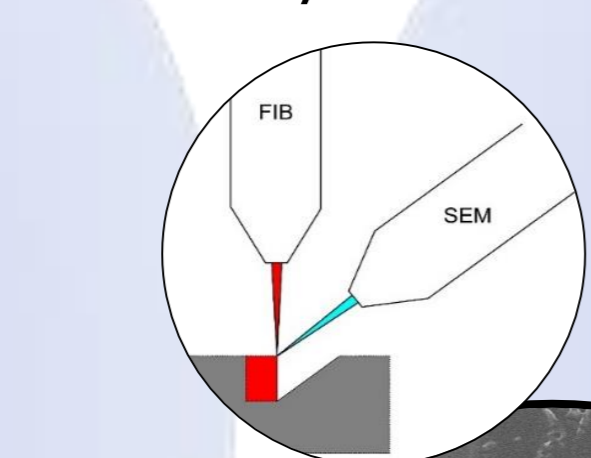
De plus, l'échantillon est métallisé ce qui peut affecter la qualité de l'analyse.

## Mise au point d'une méthode de caractérisation 3D par FIB/MEB des nanopores



Test de la sensibilité de l'échantillon au faisceau d'ions. Mise au point des paramètres d'abrasion et de dépôt (énergie, courant, dose, dwell time, cycles..).

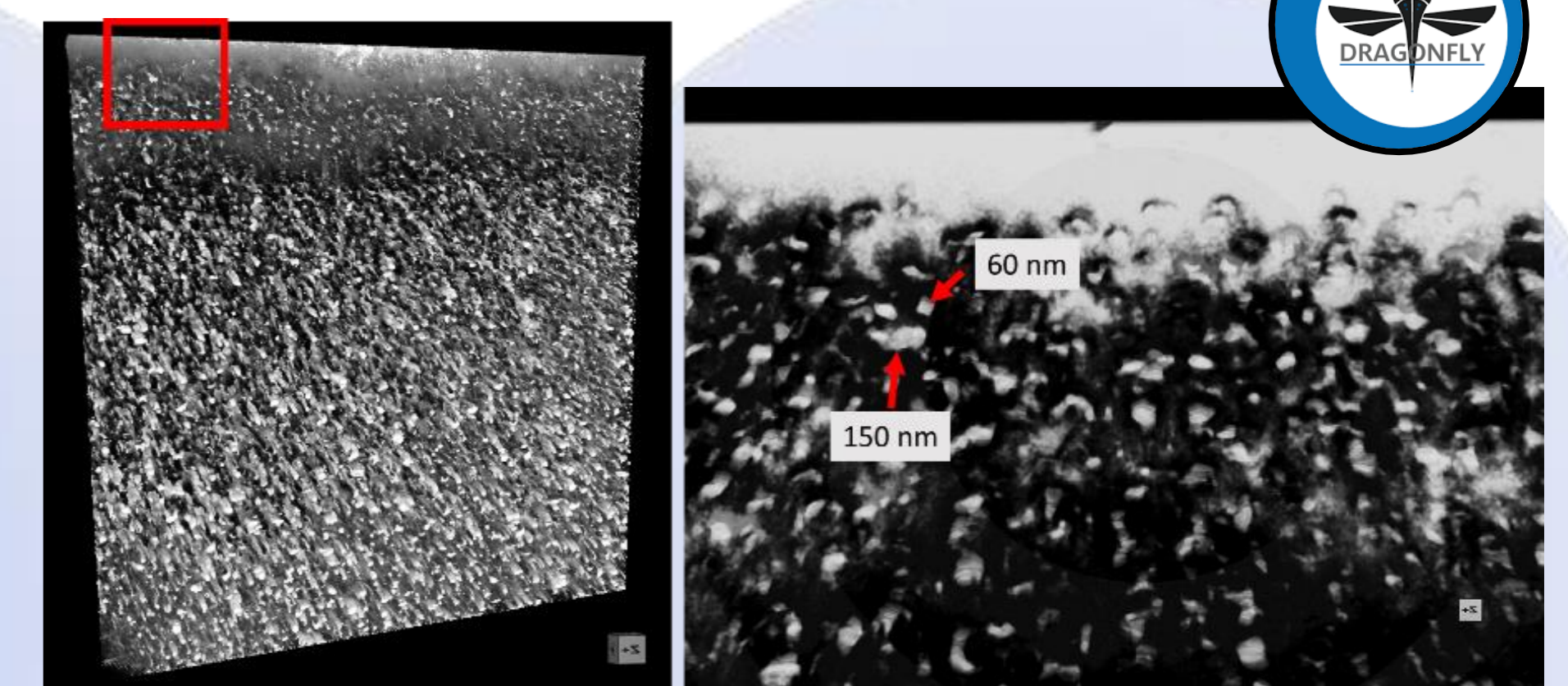
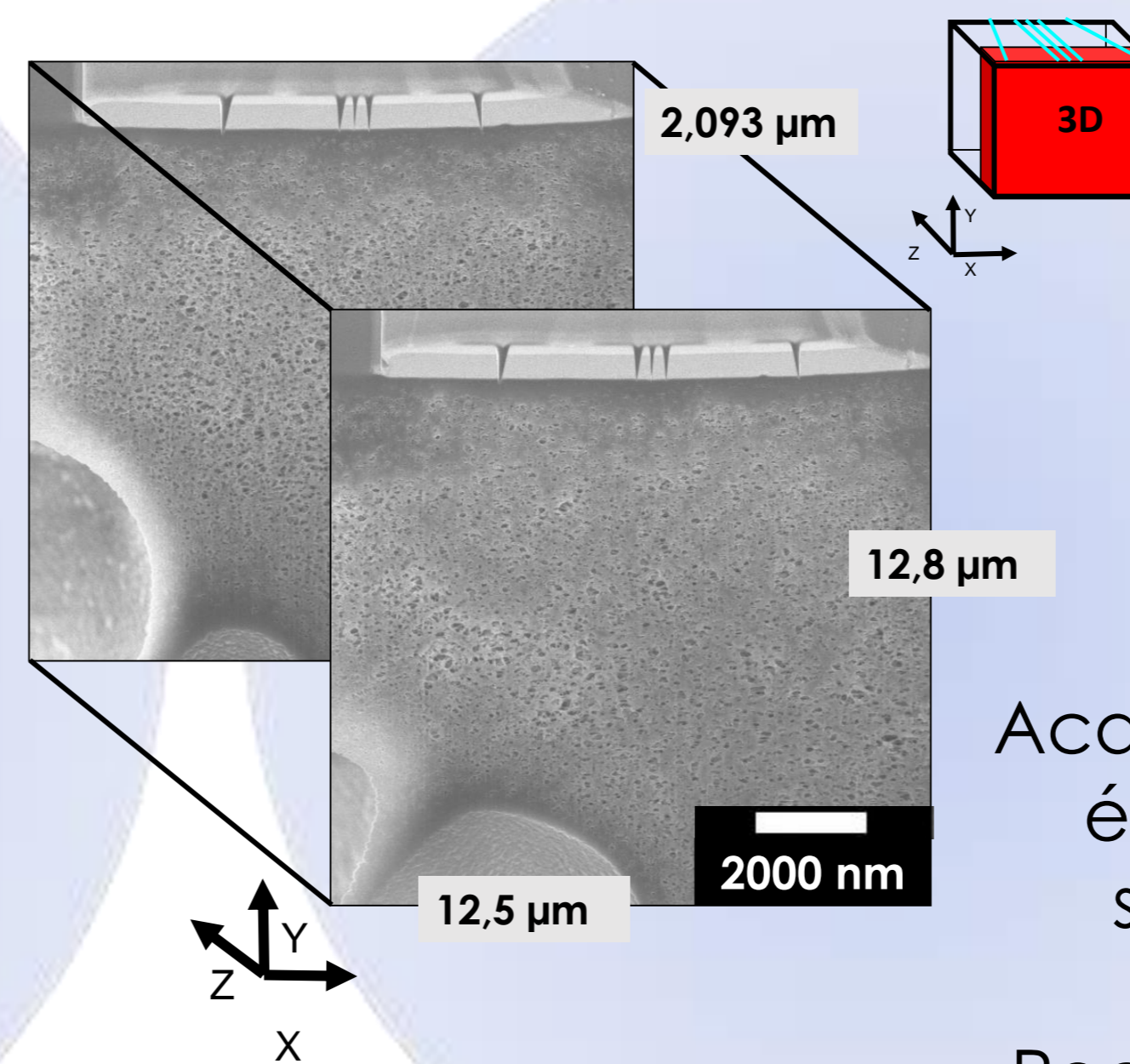
Préparation d'échantillon pour l'analyse 3D :



MEB

Dépôt électronique et ionique de platine, création des marques (3D automatique) et de la surface d'acquisition

Marque 3D tracking  
Dépôt de platine  
Marques autotunes (auto focus/stig)



Acquisition d'un stack 3D, résolution 10 nm en x et y, épaisseur de coupe  $\approx 10 \text{ nm}$ . Image en électron secondaire avec l'énergie de 2 KV. Durée de l'acquisition : 3h

Reconstruction du stack, alignement, et volume 3D

### Résultat préliminaire en 3D :

Les nanopores de la couche supérieure mesurent plusieurs dizaines de nanomètres. Les pores deviennent plus grands en profondeur. Les limites sont la résolution (10 nm) et la sensibilité de l'échantillon aux faisceaux d'ions et d'électrons.

## Conclusion

Les membranes polymères sont des échantillons **difficiles à caractériser** en microscopie électronique (matériau amorphe et sensible). Il est possible de le faire en adaptant les paramètres d'acquisition et en étant conscient des dommages possibles sur la matière. L'utilisation du FIB/MEB permet d'obtenir **les premiers éléments 2D et 3D** sur les nanopores de la surface de ces membranes. D'autres techniques **restent à explorer** pour limiter les dégâts des faisceaux d'électrons ou d'ions comme la cryo microscopie. De plus, l'élaboration d'une méthode pour la caractérisation des membranes polymères propres est une première approche. Le but étant de **l'étendre à la caractérisation de membranes colmatées** et du colmatage de celles-ci.