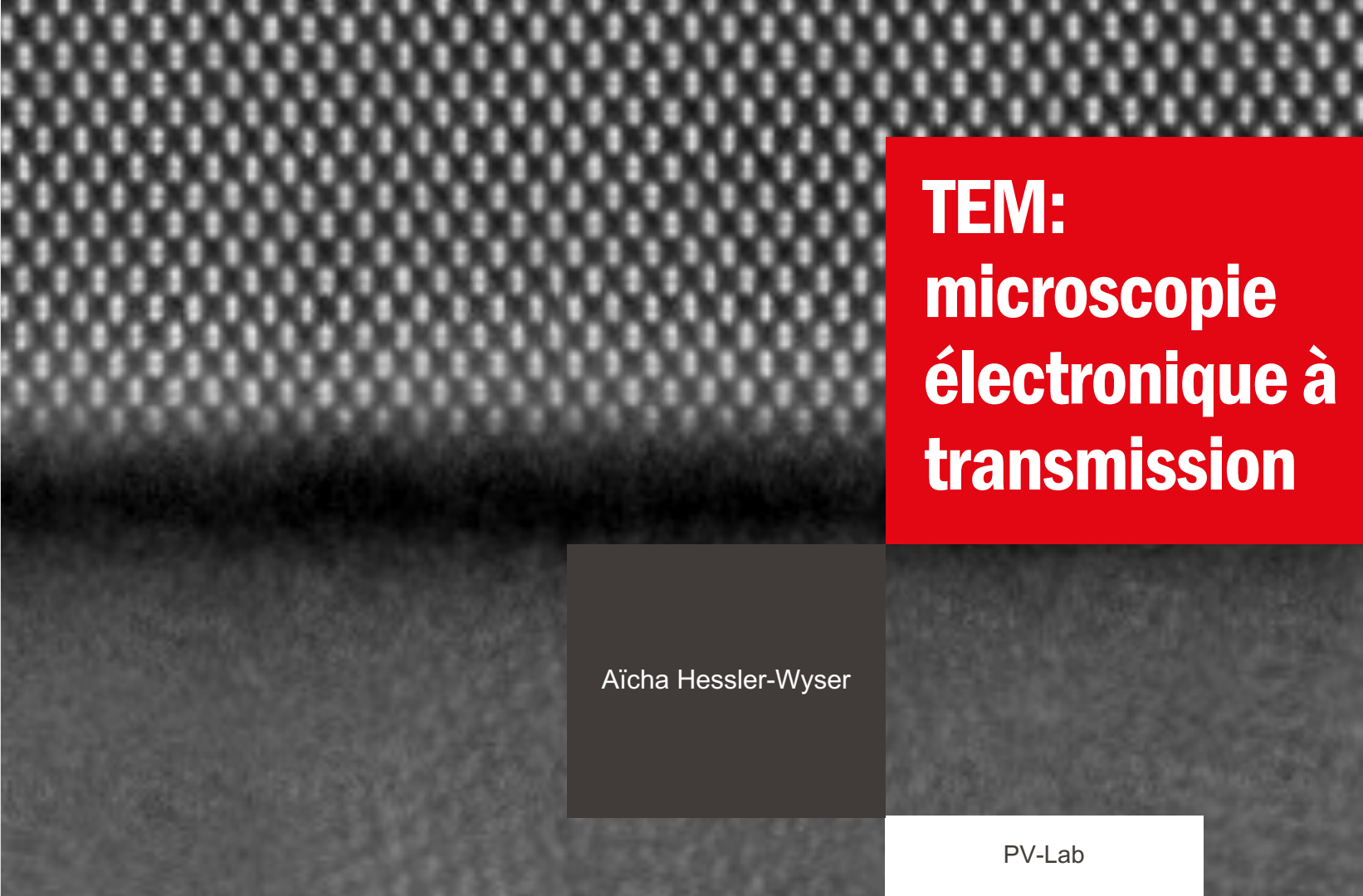


The background of the slide is a high-resolution transmission electron microscopy (TEM) image showing a regular grid of bright spots, which represent the atomic structure of a crystal.

TEM: microscopie électronique à transmission

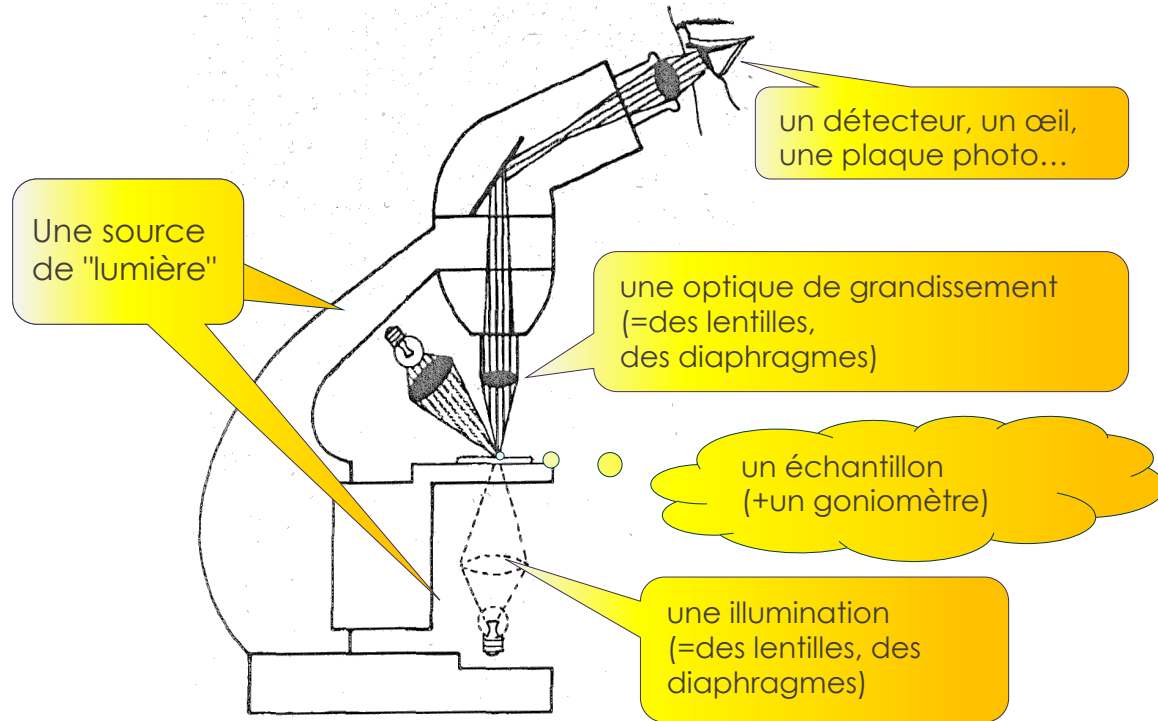
Aïcha Hessler-Wyser

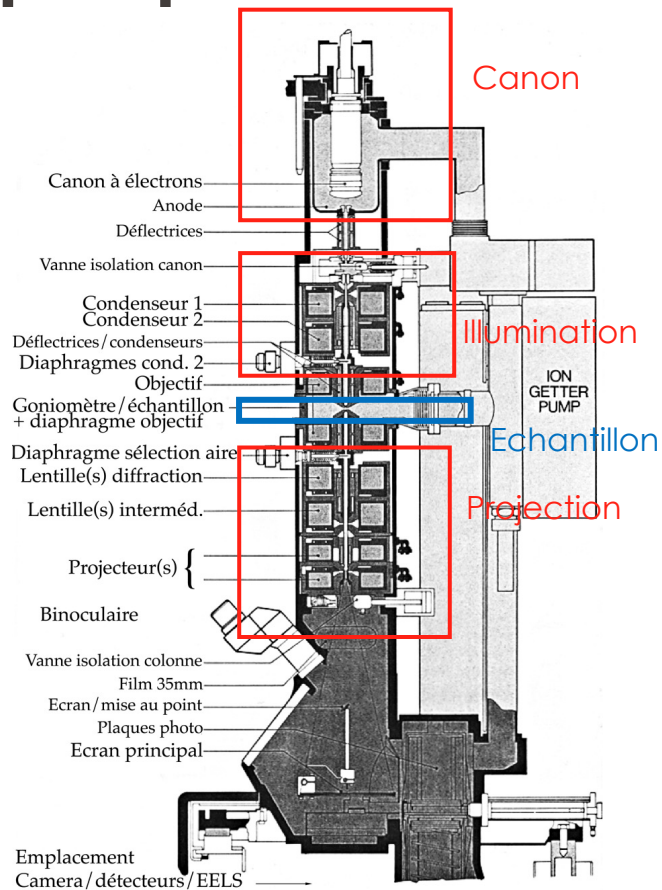
PV-Lab

- Principes
- Interactions
- Diffraction dans un TEM
- Contrastes

TEM: microscopie électronique à transmission

Un microscope, c'est...





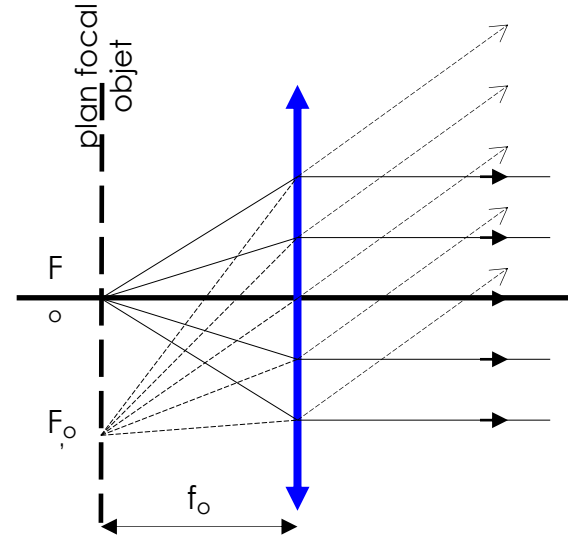
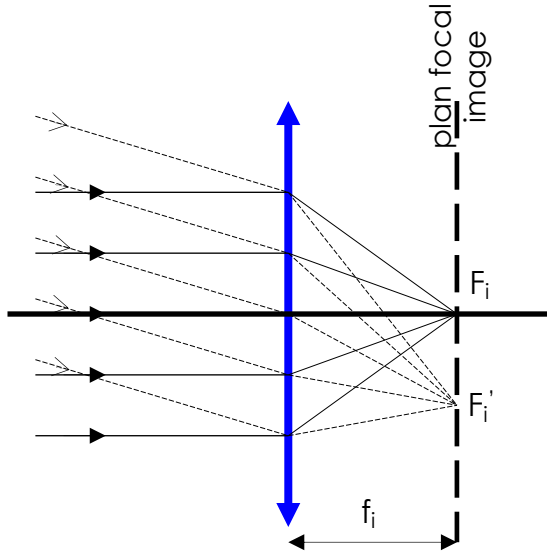
TEM: principe

En fait, maintenant ça ressemble plutôt à ça...



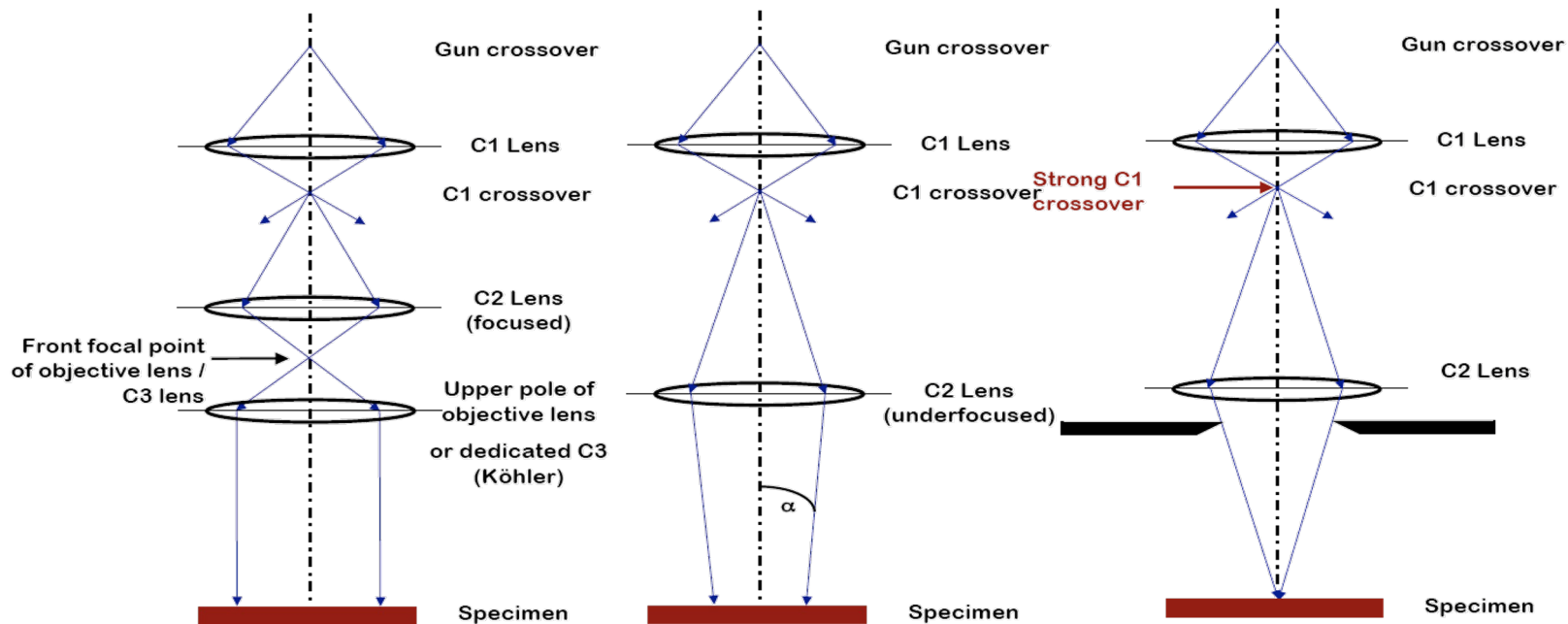
Lentille: principe général

- Optique géométrique
 - En première approximation: lentille mince (i.e. sans défauts)



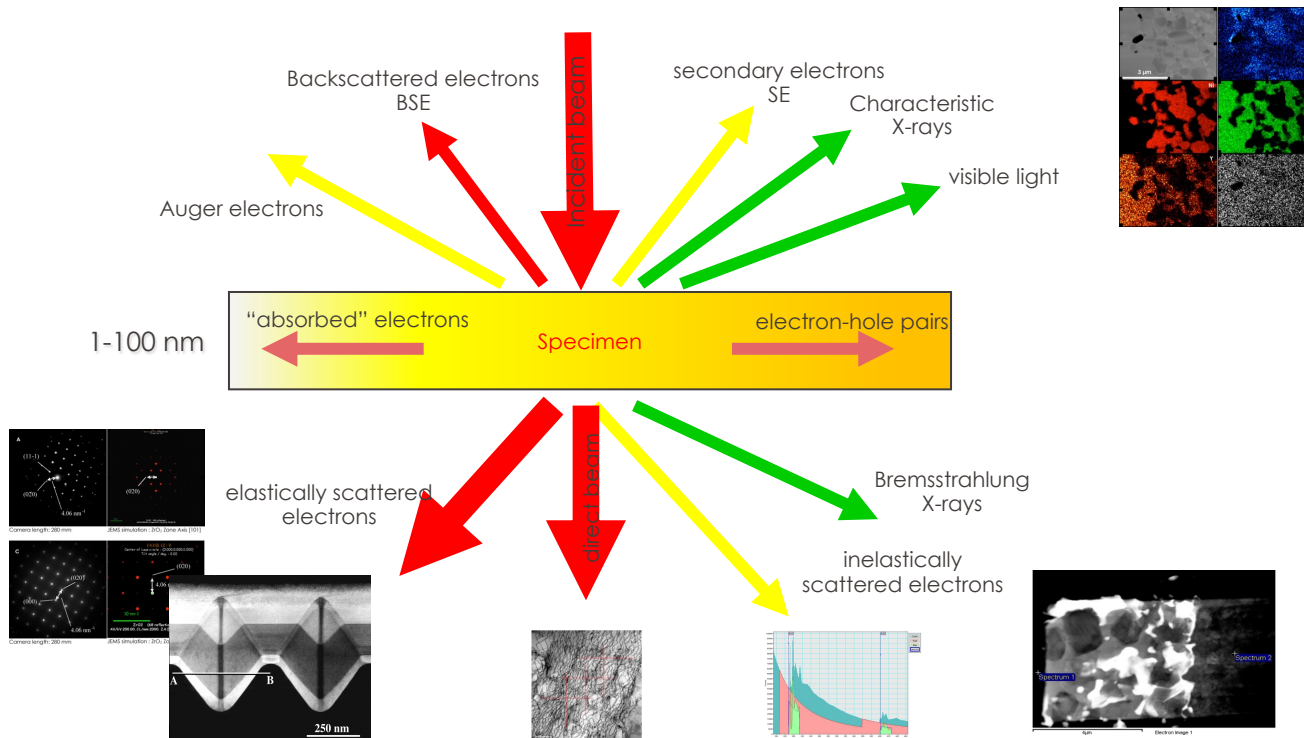
- Une image de la source placée au foyer objet F_o du condenseur 2 produit une illumination parfaitement parallèle sur l'échantillon

- Illumination parallèle ou convergente

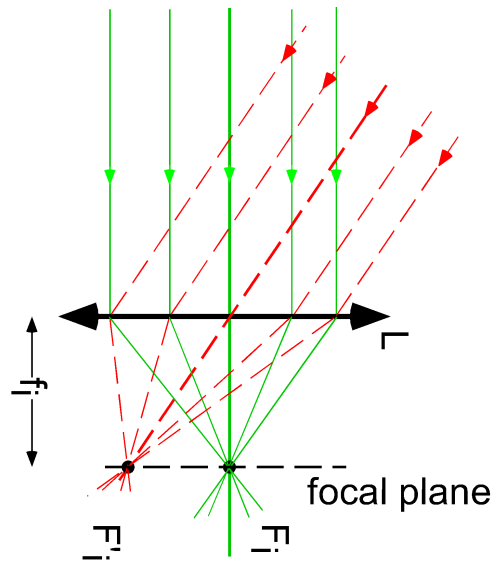
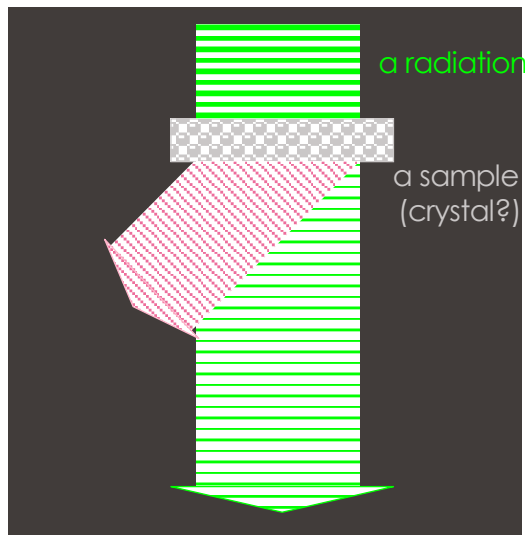


Il faut une troisième lentille pour assurer une illumination parallèle

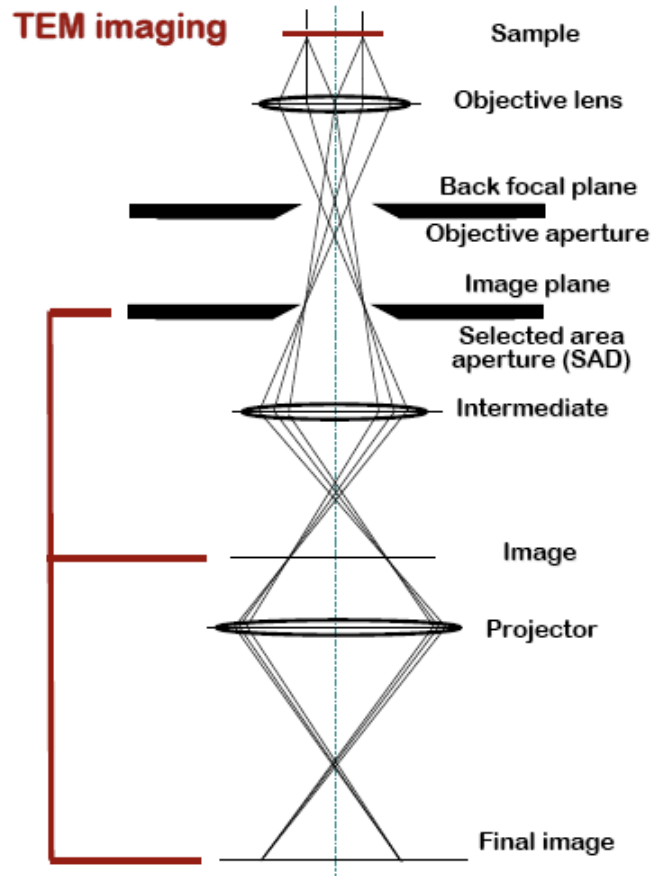
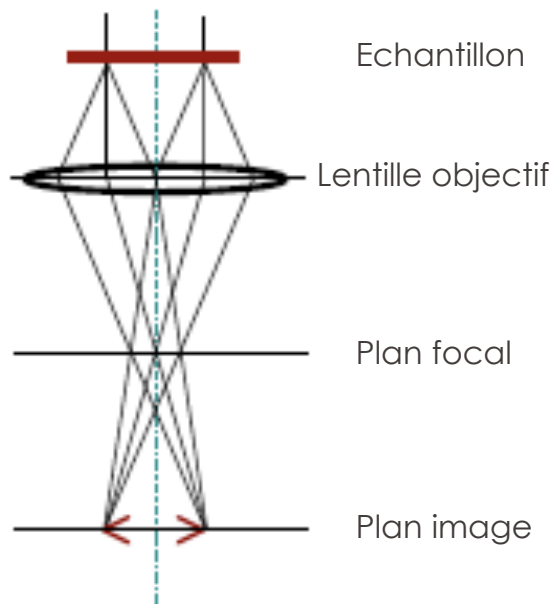
- Electrons incidents sur un échantillon mince



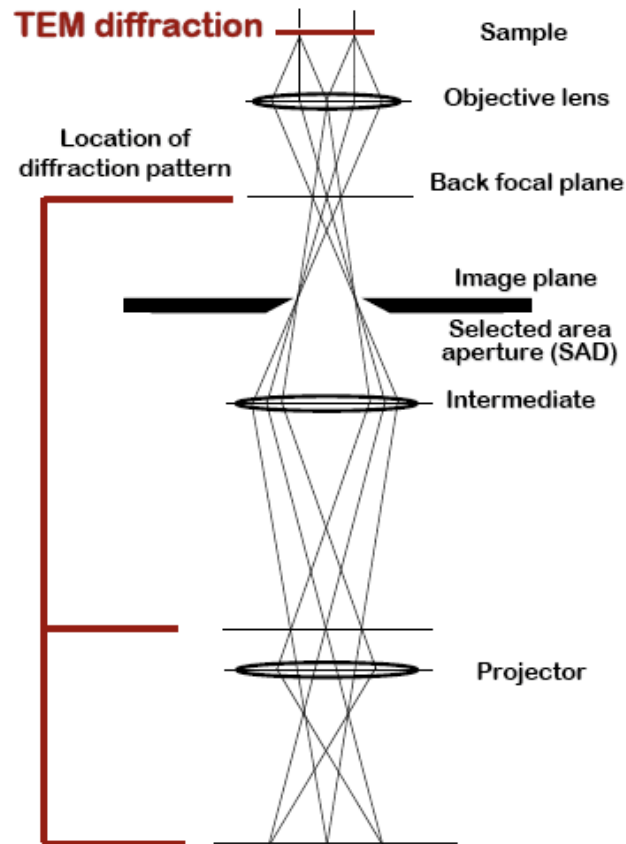
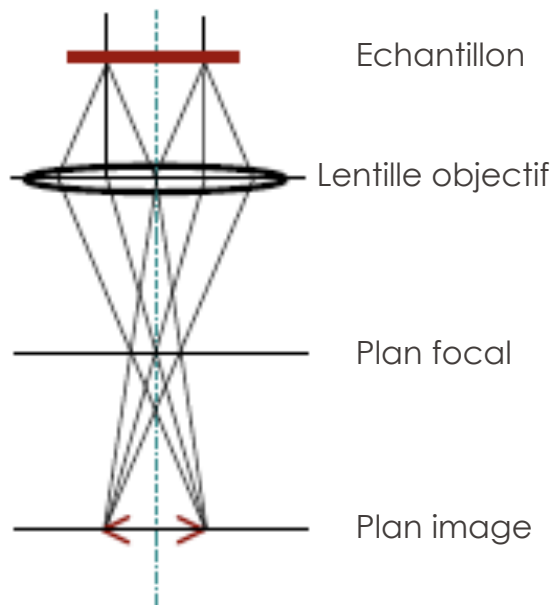
- Illumination parallèle
- Les électrons arrivant tous parallèlement sur la lentille objectif sont focalisés en un point: un spot transmis ou un spot diffracté



- Mode imagerie



- Mode diffraction

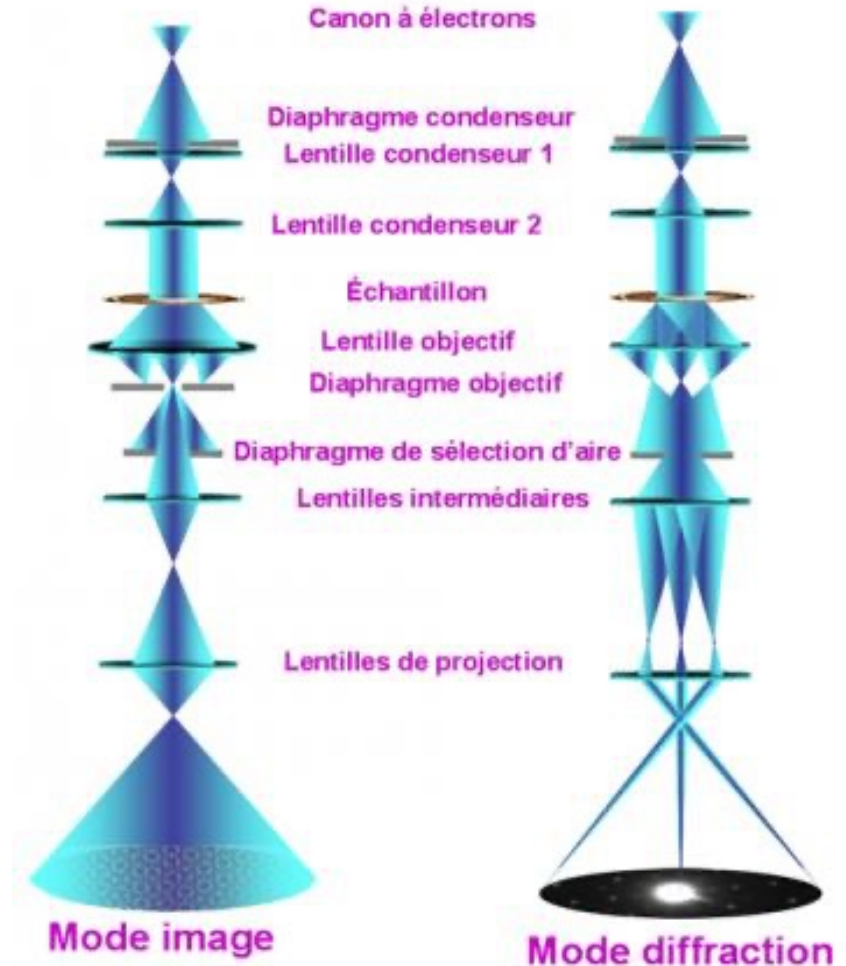


- Modes diffraction

Corrélation entre le plan focal
(première figure de diffraction
formée) et l'écran

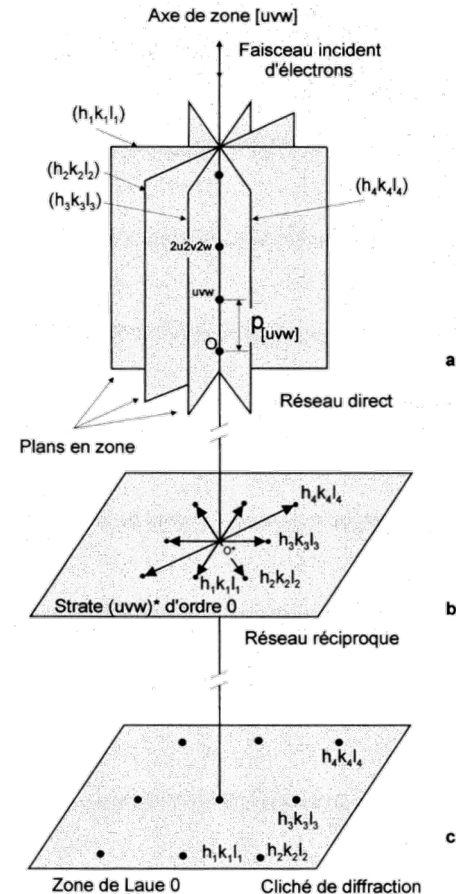
- Mode imagerie

Corrélation entre le plan image
(première image formée) et
l'écran



Axe de zone

- Plusieurs plans cristallin sont en conditions de diffraction
- Chaque famille de plans génère un spot de diffraction
- Une famille de plans parallèles (distances multiples) génère une **rangée systématique**
- L'ensemble de ces rangées systématiques représente un **réseau de points**: la figure de diffraction



picture from Morniroli

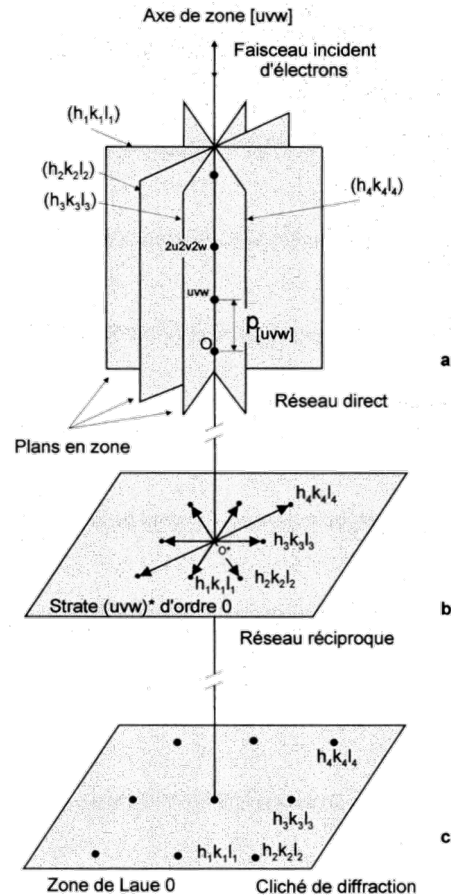
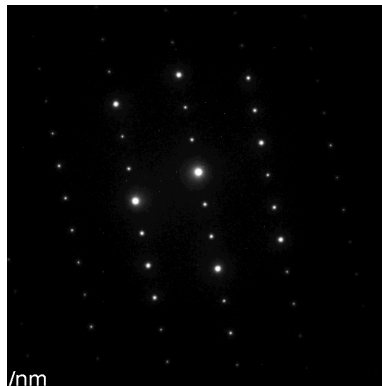
Axe de zone

Plusieurs plans $(h_i \ k_i \ l_i)$ se croisent selon une direction $[uvw]$ (axe de zone) du cristal.

Lorsque le faisceau d'électrons incidents traverse le cristal le long de $[uvw]$, ces plans sont presque en condition de Bragg et une part d'intensité est malgré tout diffractée.

Ces plans satisfont **l'équation d'axe de zone**:

$$hu + kv + lw = 0$$



picture from Momioli

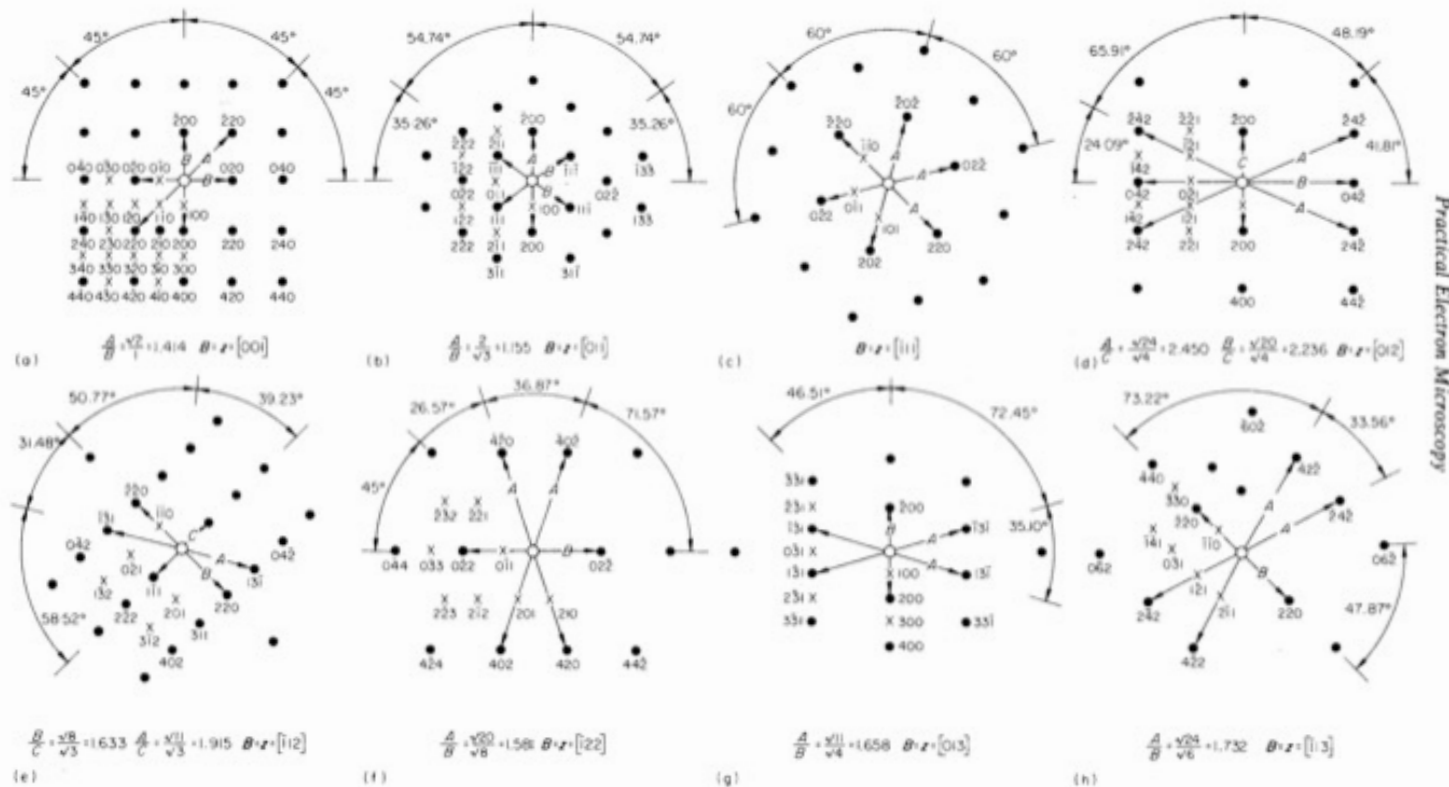
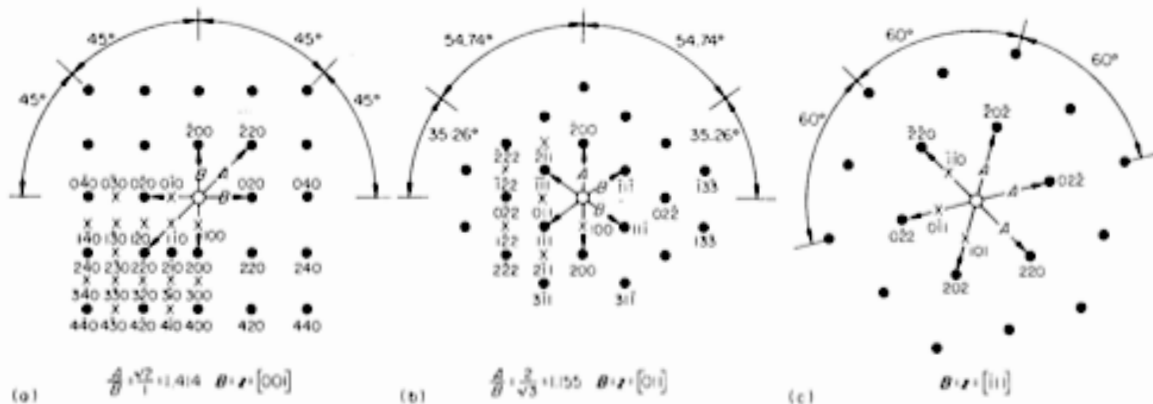


Figure A4.1 Single-crystal spot transmission electron diffraction patterns for the f.c.c. crystal structure ($u^2 + v^2 + w^2 < 22$). The zone axis z , defined in appendix 1, is the beam direction B defined in section 2.7.2, as indicated. The crosses in one quadrant of the diagram indicate the positions of the spots for the ordered f.c.c. ($L1_2$) unit cell. The complete pattern may be generated by repeating these spots in the remainder of the pattern and indexing using the addition of vectors, see section 2.7.2.1

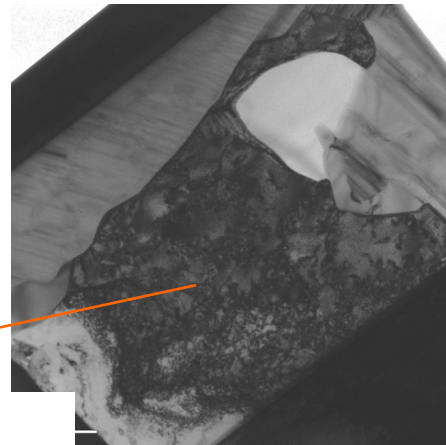
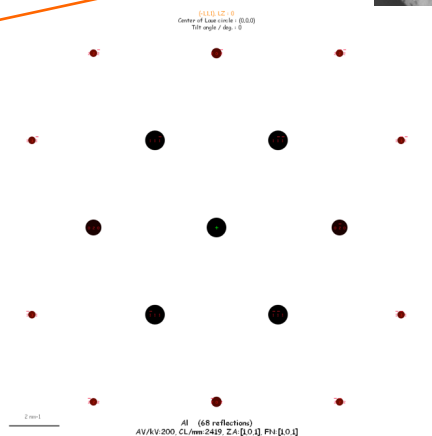
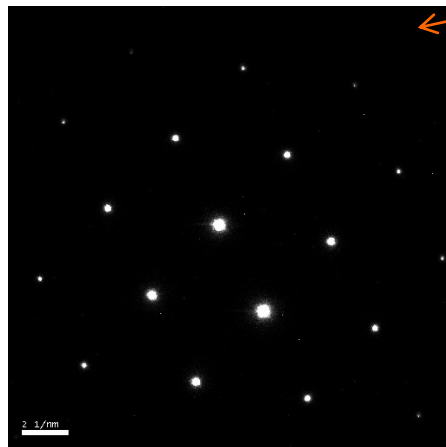
Axe de zone

- Chaque spot de diffraction correspond à une famille de plans cristallins
- Clichés de diffraction typiques pour chaque orientation et réseau de Bravais
- La distance entre les points dépend du paramètre de maille, mais les rapports entre les distances sont constants
- Identification rapide manuelle ou informatisée



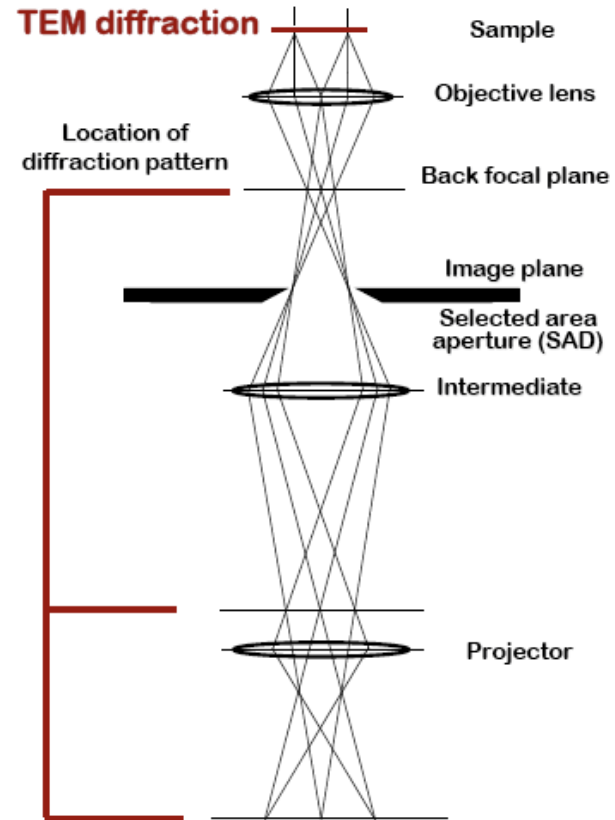
Indexation de figures de diffraction

Simulations: programme JEMS (Prof Stadelmann). Il faut donner des cristaux candidats, le programme calcul les orientations possible et les compare au cliché expérimental



Longueur de caméra

- Normalement, les spots de diffraction convergent à l'infini.
- Les lentilles de projection nous permettent de ramener cet "infini" dans notre microscope:
- Le grandissement de la diffraction est représenté par la longueur de caméra CL



Longueur de caméra

Normalement, les spots de diffraction convergent à l'infini.

Les lentilles de projection nous permettent de ramener cet « infini » dans notre microscope:

Le grandissement de la diffraction est représenté par la longueur de caméra CL

$$\operatorname{tg}(2\theta_{hkl}) = R/CL$$

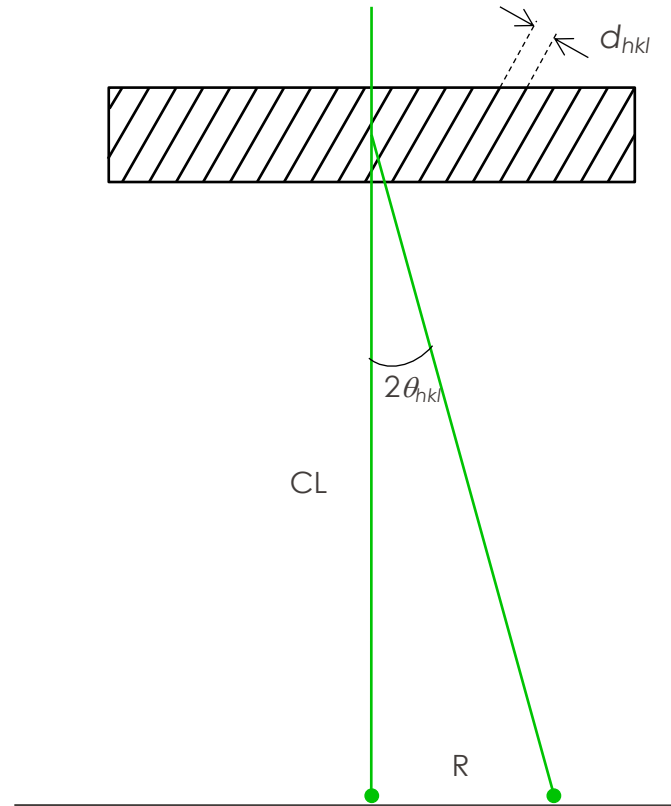
Pour de petits angles, $\theta \approx \sin \theta \approx \operatorname{tg} \theta$

Avec la loi de Bragg

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl}=n\lambda$$

on arrive à:

$$d_{hkl}R = \lambda CL (=cte)$$



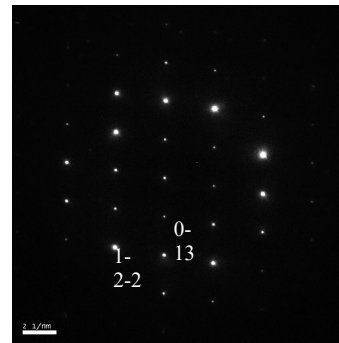
Identification de phases

- L'analyse des spots de diffraction nous donne la **structure cristalline** de l'échantillon
- Si le microscope est bien calibré, on peut obtenir la distance inter-réticulaire du cristal, et donc son **paramètre de maille**.

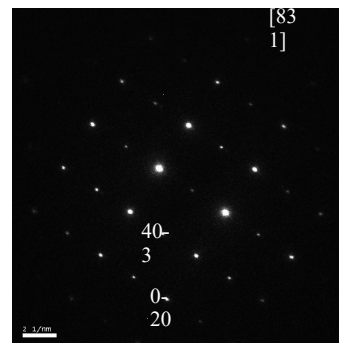
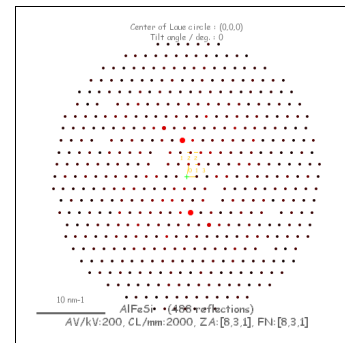
Identification de phases



FIB lamella of ≈ 50 nm thickness, GJS600 treated
 Bright Field micrograph, 2750x (Philips CM20)
 Simulated diffraction on JEMS software



Hexagonal α -(AlFeSi)



Monoclinic Al_3Fe

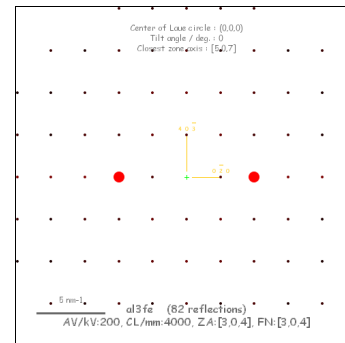
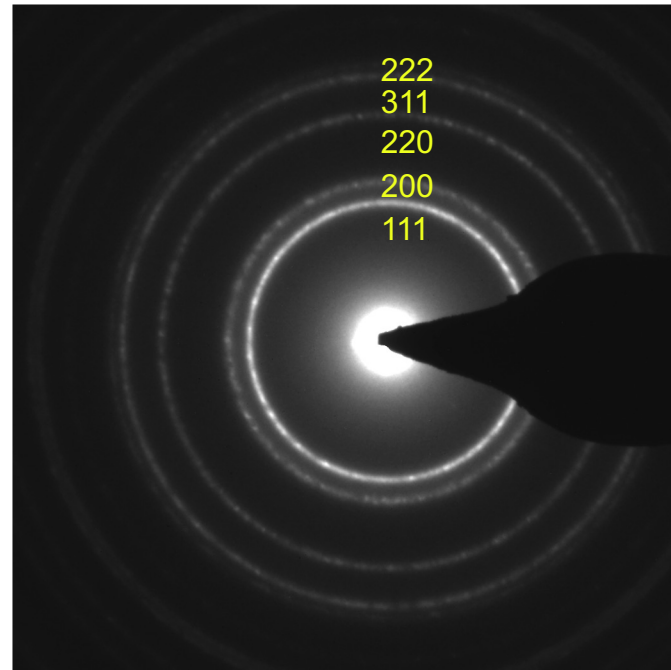


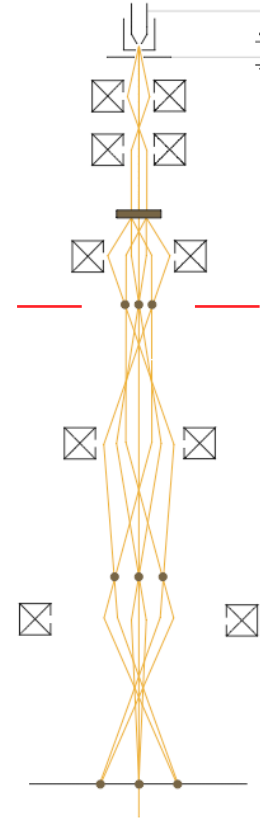
Diagramme de poudre

- Toutes les réflexions (i.e. tous les plans avec un facteur de structure non nul) sont présentes
- On parle de "ring pattern"
- Les relations angulaires entre les plans sont perdues



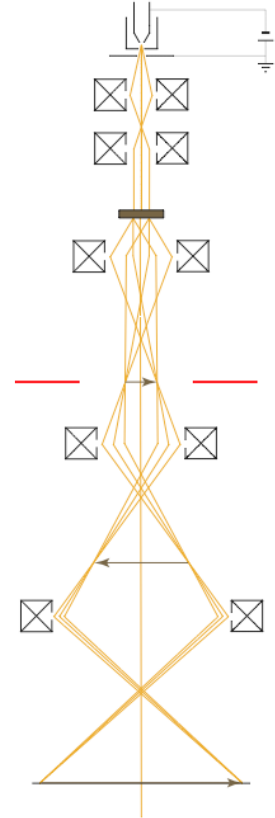
Différents contrastes pour différents modes

- Contraste d'épaisseur
 - Contraste en Z
- } HAADF (D)STEM
- Contraste de diffraction => BF et DF
 - Contraste de phase => HRTEM



Obj. ap.

SA ap.

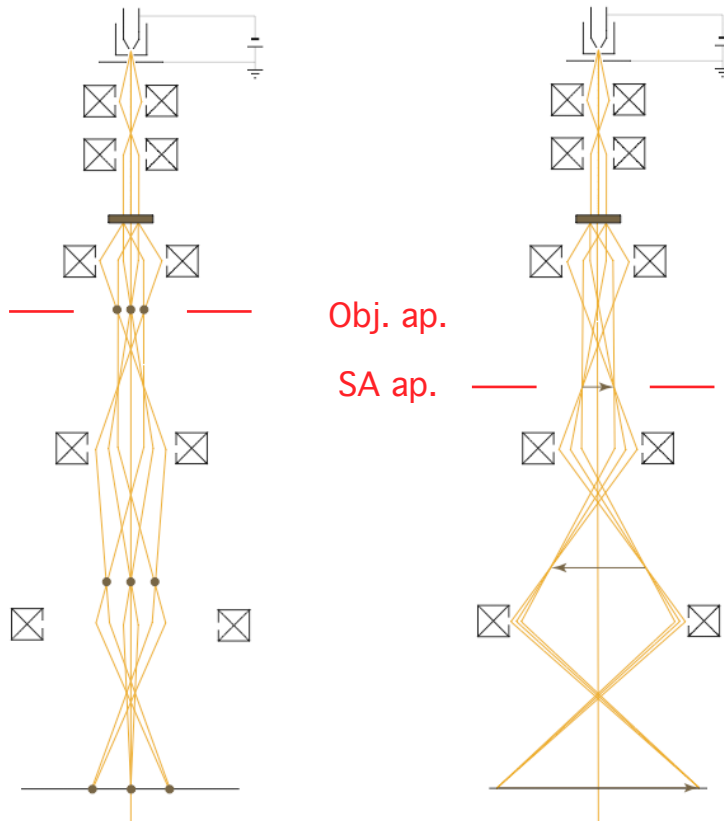


Différents contrastes pour différents modes

- Contraste d'épaisseur
 - Contraste en Z
- } HAADF (D)STEM
- Contraste de diffraction => BF et DF
 - Contraste de phase => HRTEM

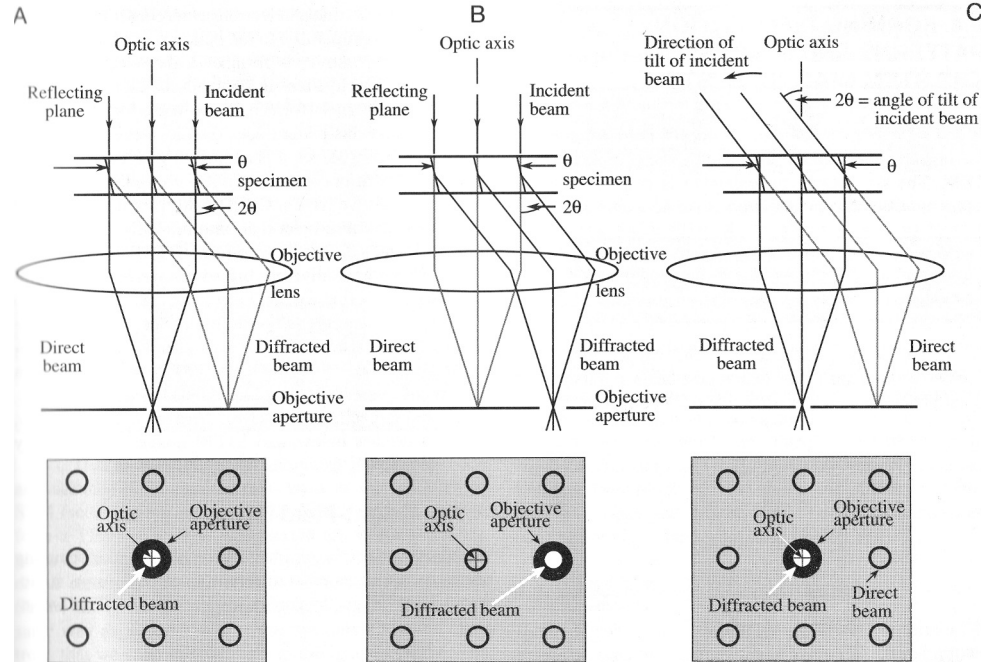
Position des diaphragmes objectifs et SA!!

- **diaphragme objectif** pour avoir une image contrastée
- **diaphragme SA** pour avoir une belle diffraction



Mode image: Champ clair et champ sombre

Champ **clair** (BF):
l'image est formée
avec le faisceau
transmis ϕ_0



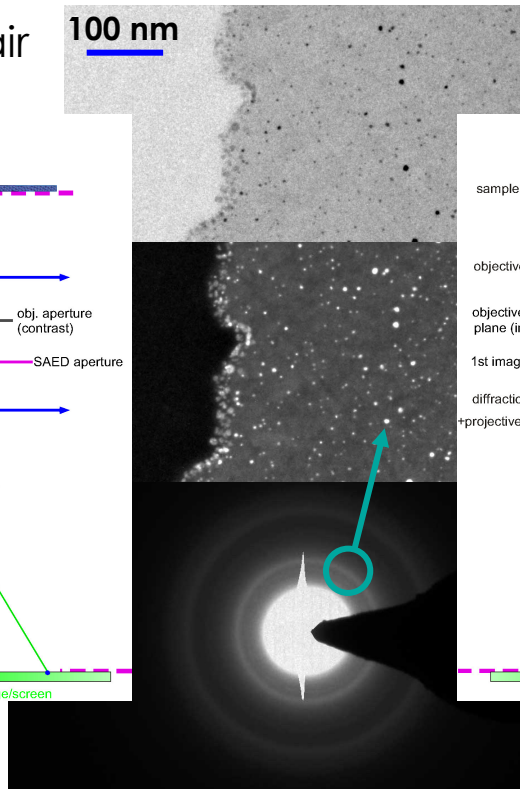
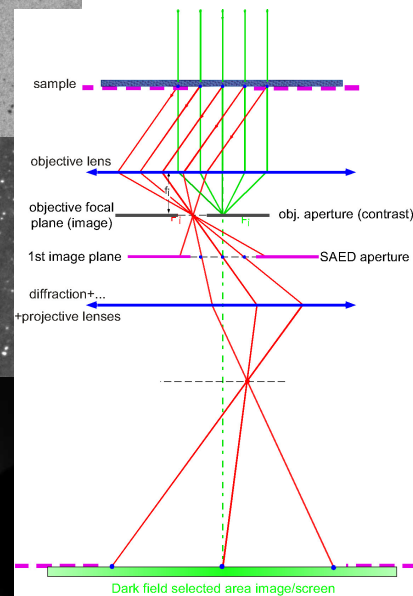
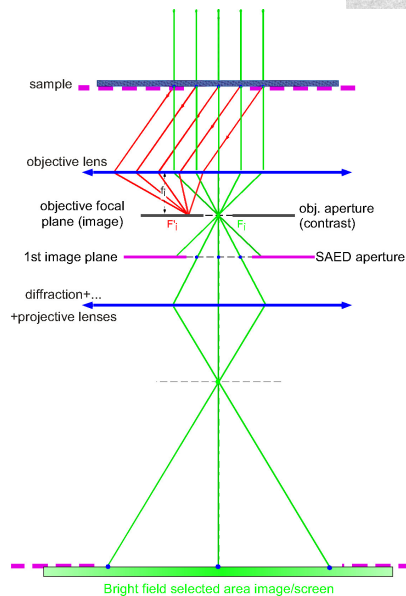
Champ **sombre** (DF
[hkl]): l'image est
formée avec le
faisceau diffracté ϕ_{hkl}

Mode image: Champ clair et champ sombre

Champ clair

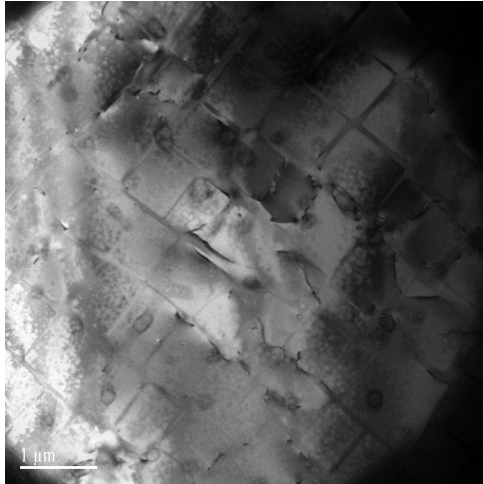
100 nm

Champ sombre

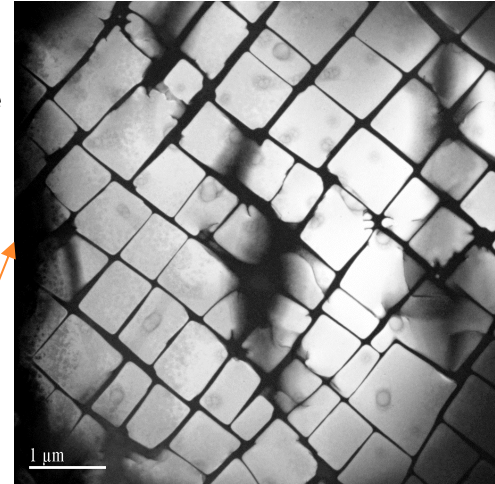


Nano-particules sur un
film de carbone

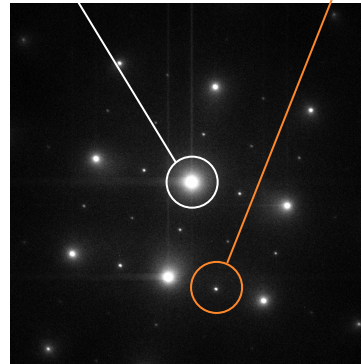
Mode image: Champ clair et champ sombre



Superalloys à base de nickel
Contraste γ/γ'



Certaines réflexions sont interdites pour une structure cristalline, mais permises pour d'autres.



Le contraste est lié à la différence de structure cristalline

Mode image: Champ clair et champ sombre

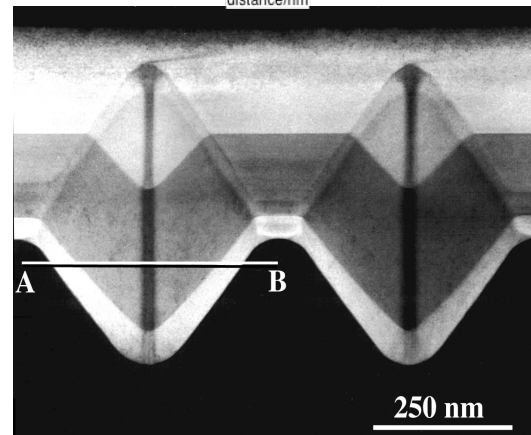
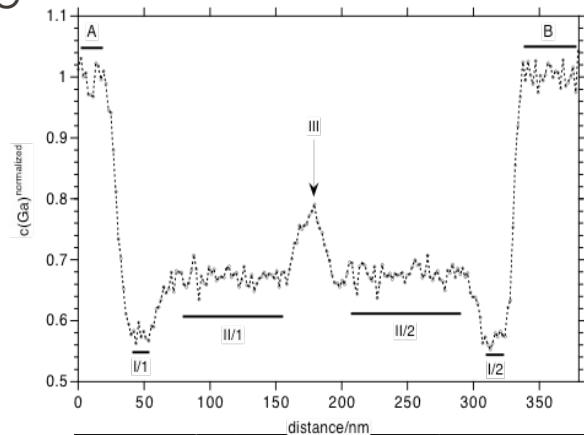
La diffraction sur un atome dépend de Z :

facteur de diffusion atomique $f(\theta)$

La diffraction sur un cristal s'exprime par le facteur de structure F_{hkl} qui dépend de l'arrangement cristallin, mais aussi de $f(\theta)$, et donc de Z

On peut donc voir une sorte de **contraste en Z** en choisissant les bons spots de diffraction

Diffusion d'espèces chimiques lors de croissance MOCVD de couches AlGaAs sur des substrats micro-structurés



Hypothèse: échantillon mince

- Avec les équations d'onde, on peut calculer les intensités des faisceaux diffractés et transmis I_g et I_0 (conditions cinématique)
- On peut donc calculer le contraste d'une image en champ clair ou sombre.

$$I_g = |\phi_g|^2 \qquad I_0 = |\phi_0|^2$$

Echantillon pas si mince que cela!

- Événements **multiples** de diffraction, conditions dynamiques: les faisceaux diffractés et transmis interagissent entre eux. Le couplage est décrit par les équations de Howie-Wheeler:
- (ϕ_g : faisceau diffracté, ϕ_0 , faisceau transmis,
- ξ_g et ξ_0 les distances d'extinction correspondantes, z l'épaisseur)

$$\begin{aligned} \frac{\partial \phi_g}{\partial z} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_0 \exp[-2\pi i s z] \\ \frac{\partial \phi_0}{\partial z} &= \frac{\pi i}{\xi_0} \phi_0 + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_g \exp[2\pi i s z] \end{aligned}$$

Contrastes: franges d'égales épaisseur

Si on résout les équations différentielles:

$$|\phi_g|^2 = \left(\frac{\pi t}{\xi_g} \right)^2 \frac{\sin^2(\pi s_g t)}{(\pi s_g t)^2} \quad |\phi_0|^2 = \left(1 - |\phi_g|^2 \right)$$

avec la distance d'extinction:

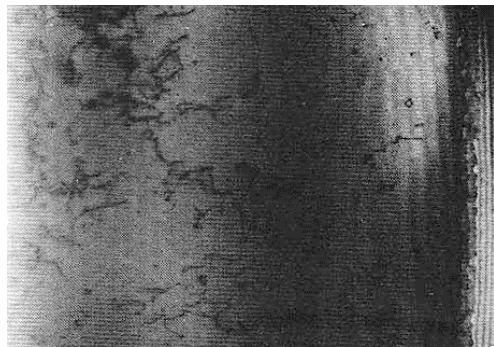
$$\xi_g = \frac{\pi V_e \cos \vartheta_B}{\lambda F_g}$$

(V_e : volume d'une maille élémentaire, F_g le facteur de structure pour la diffraction selon g)

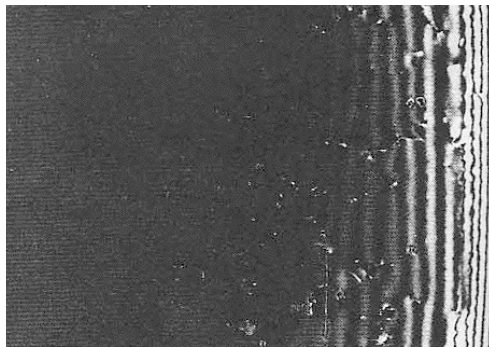
Note: pour pouvoir résoudre les équations, on ne considère que deux faisceau: le transmis et un diffracté, on parle alors de **condition deux ondes**.

Contrastes: franges d'égales épaisseur

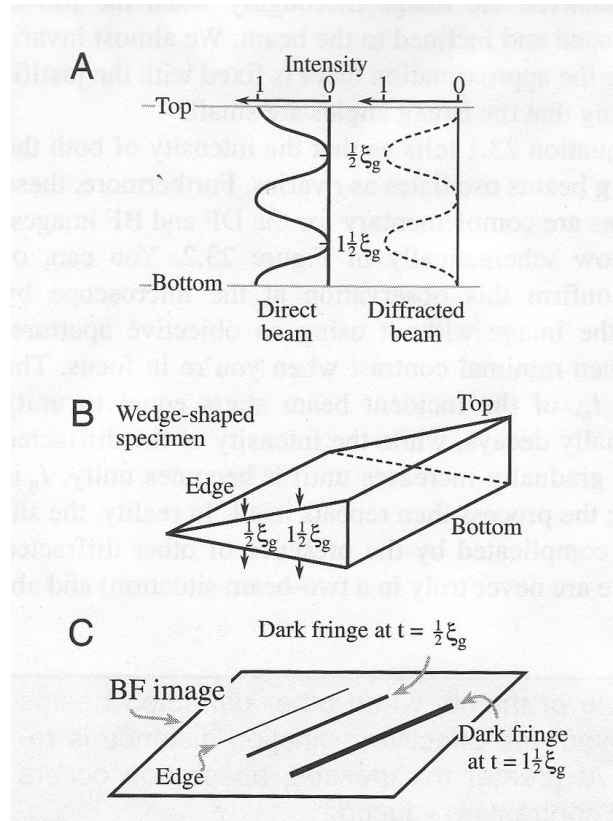
L'intensité des faisceaux diffractés et transmis varie donc périodiquement avec l'épaisseur t . Un échantillon d'épaisseur variable présentera donc des **franges d'égale épaisseur**, en champ clair comme en champ sombre



Champ clair



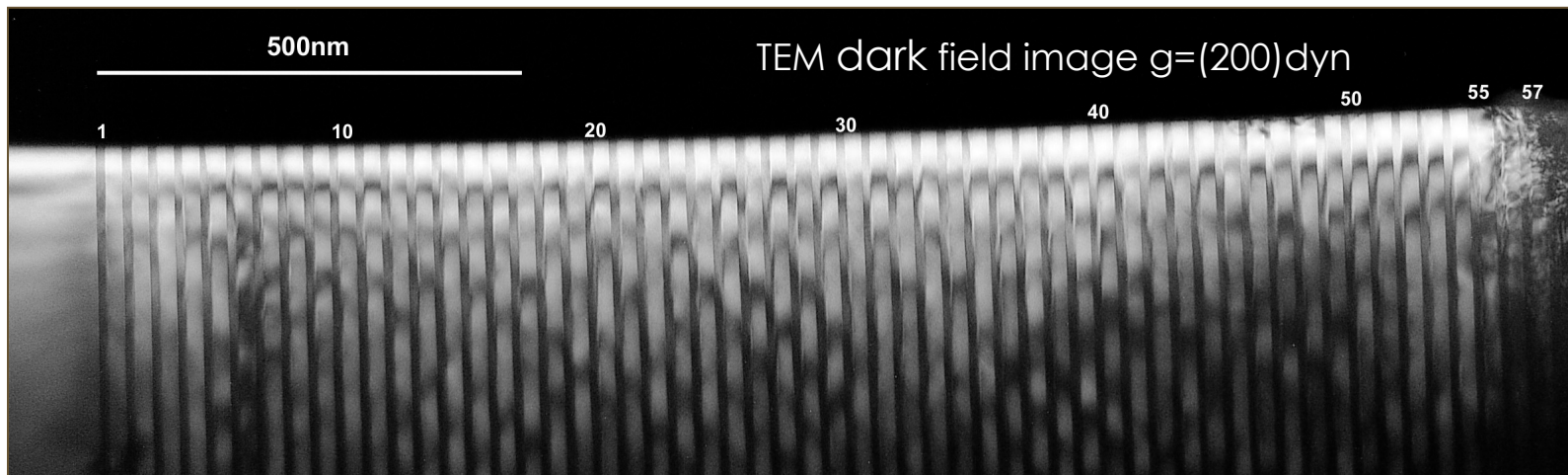
Champ sombre



Contrastes: épaisseur et composition

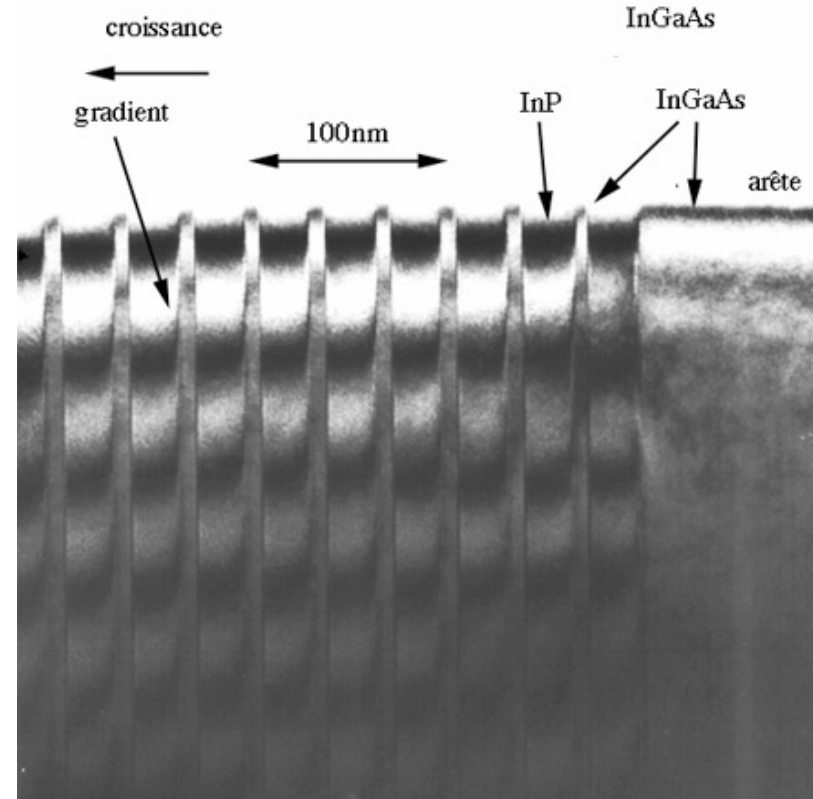
ξ_g dépend de l'épaisseur, mais aussi du facteur de structure, et donc de la composition chimique!

$$\xi_g = \frac{\pi V_e \cos \vartheta_B}{\lambda F_g}$$



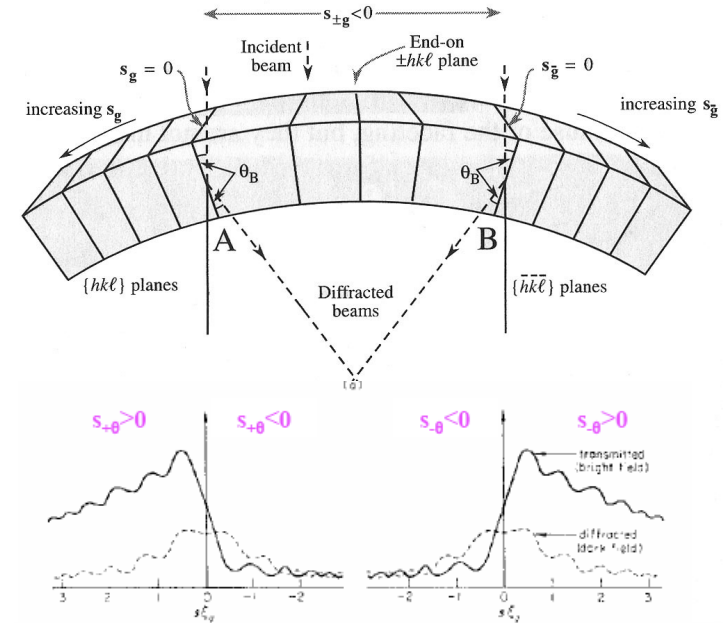
Structure multicouches complexe

- Réseau de puits quantiques d'InP/GaInAs.
- Echantillon préparé par la méthode des coins clivés.
- La courbure des **franges d'égale épaisseur** montre bien un gradient de composition près des interfaces.



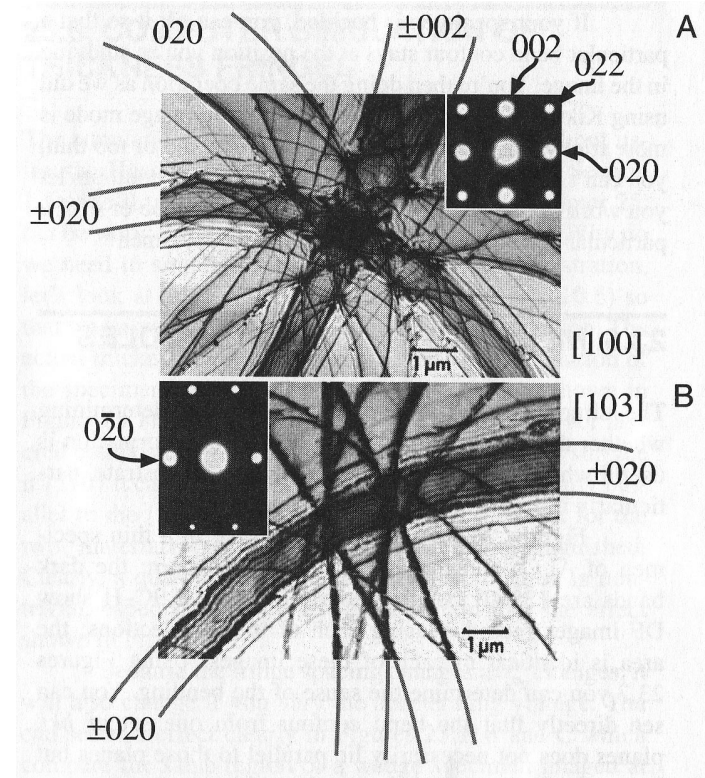
Echantillons déformés

- Lorsqu'un échantillon est déformé, la diffraction n'est plus la même d'un endroit à l'autre.
- En champ clair ou en champ sombre, les régions qui diffractent apparaissent en sombre.
- On voit des lignes de contraste différent, les **lignes de déformation** (bend contour).



Echantillons déformés

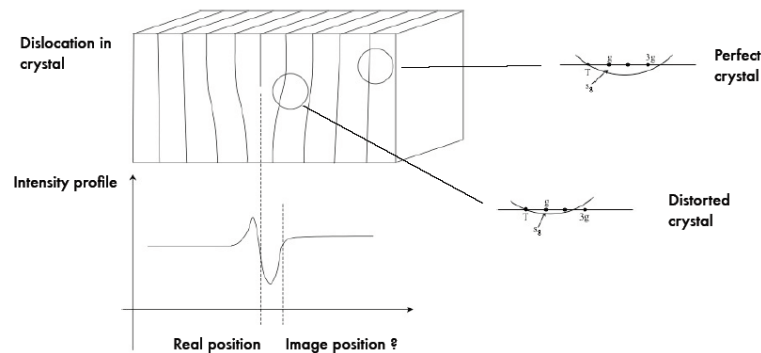
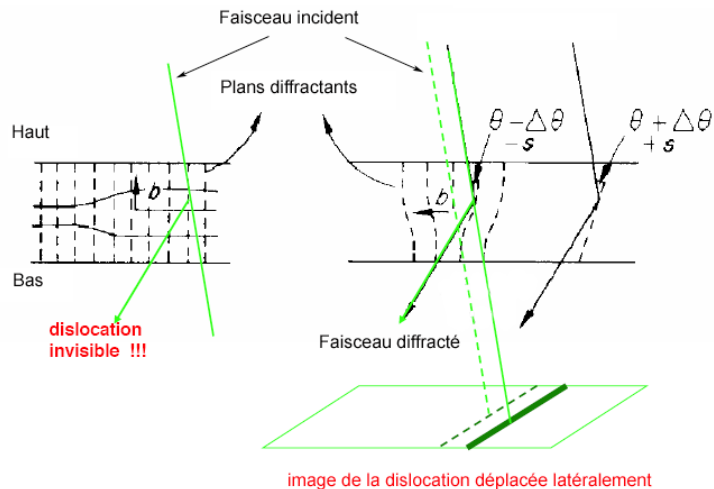
- Lorsqu'un échantillon est déformé, la diffraction n'est plus la même d'un endroit à l'autre.
- En champ clair ou en champ sombre, on voit des lignes de contraste différent, les **lignes de déformation** (bend contour).
- Chaque contour sombre est le lieu d'une famille de plan en position de Bragg. Les familles de lignes "parallèles" correspondent à $+\mathbf{g}$, $-\mathbf{g}$, et aux ordres supérieurs ($\pm n\mathbf{g}$, $n > 1$) de diffraction.



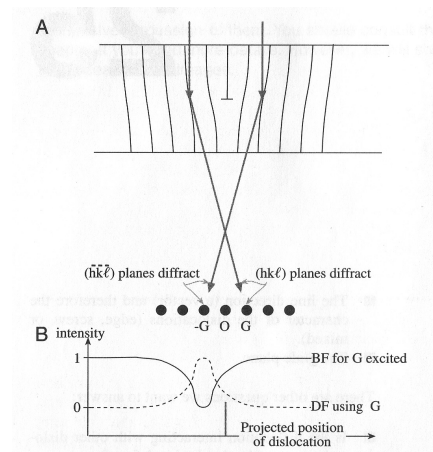
(tiré de J.V. Edington, *Practical Electron Microscopy in Materials science*)

Contrastes: dislocations

Pourquoi voit-on une dislocation dans un TEM?



Dislocation Burgers vector ? $\rightarrow$ g.b analysis
 Dislocation image position ? $\rightarrow$ Defect sizing, dissociation width, nature



Identification des dislocations

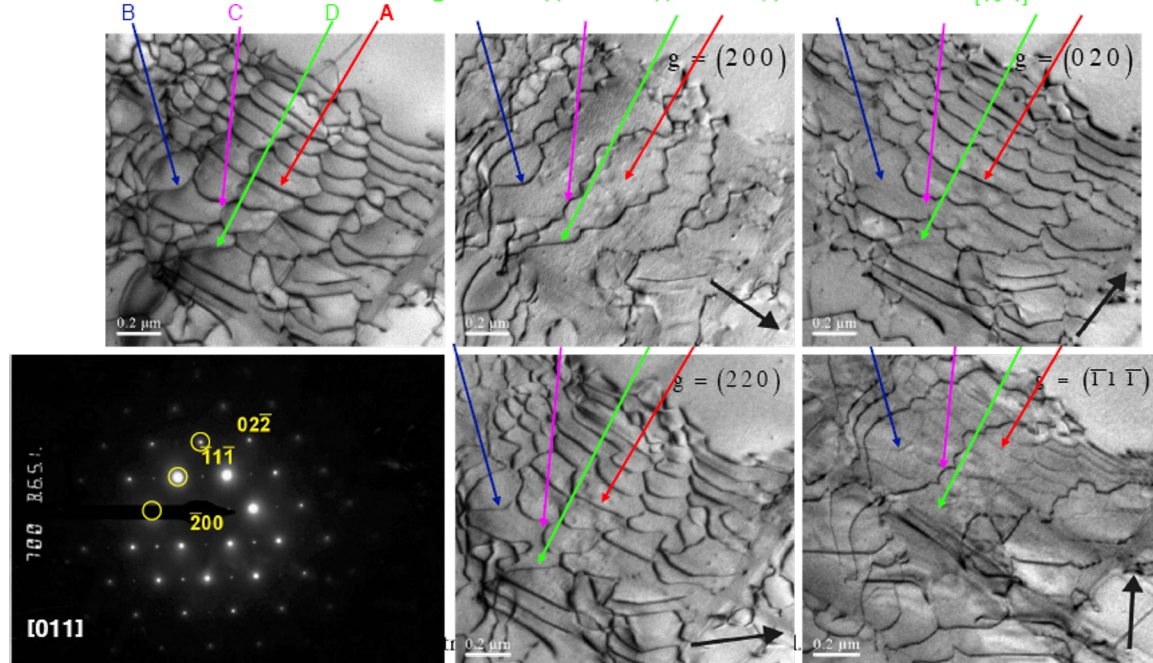
Superalliages à base de nickel,
partie d'une aube de turbine à gaz

Vecteur de Burger

Recherche du **b** de
4 dislocations pour 4
g différents

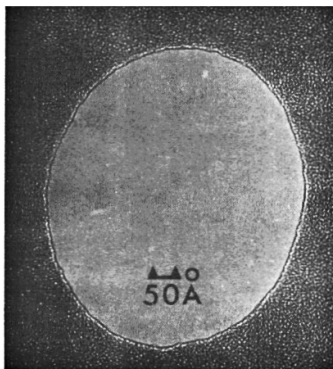
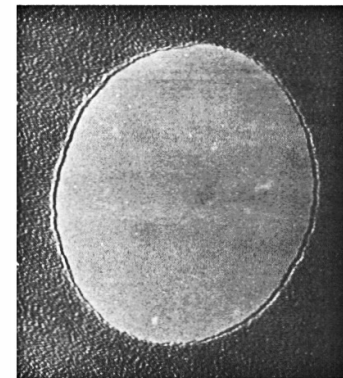
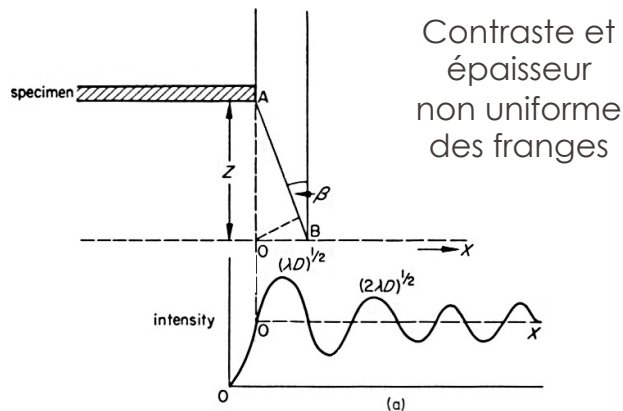
Si **g** // **b**, dislo visible
Si **g** $\perp$ **b**, dislo
invisible

reflection	200	020	220	-11-1	b // to
A	--	++	++	-	[0-11]
B	++	--	+	-/+	[10-1]
C	++	--	++	++	[???
D	++	-/+	++	--	[10-1]

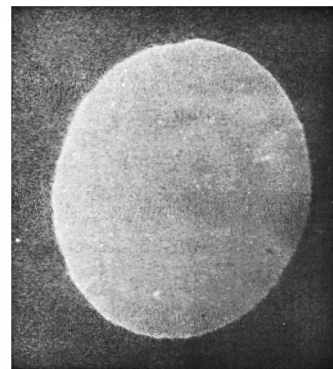


Contrastes: franges de Fresnel et astigmatisme

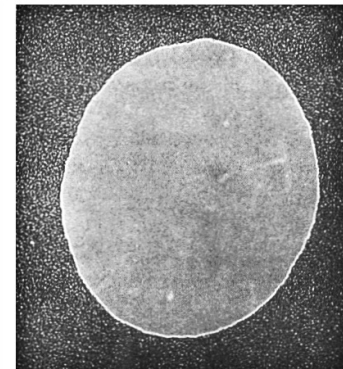
- **Hypothèses:** cohérence, $\lambda < \text{objet}$, objet plan, distance d'observation $>$ plus grande dimension de l'objet
- Réglage de l'astigmatisme sur le bord du trou d'un film de carbone



Frange uniforme
(sous focalisé)

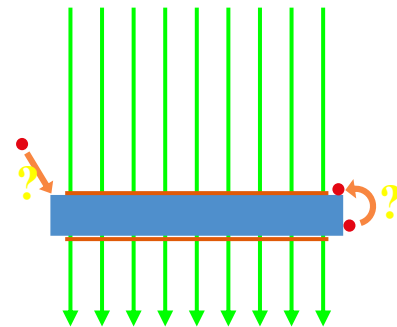
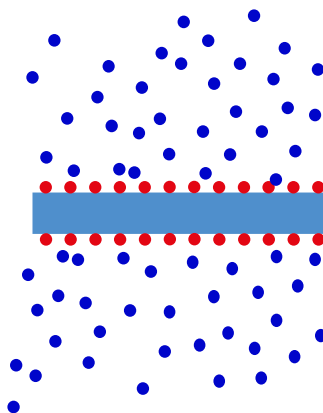
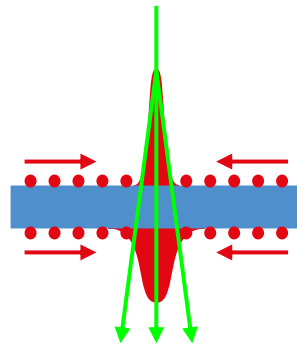


Pas de frange (min de
contraste, focalisé)



Frange uniforme
(sur-focalisé)

- Hydrocarbures (ou résidus d'huile silicone ou de graisses) présents à la surface de l'échantillon
- Décomposition (destruction des liaisons chimiques) sous le faisceau d'électrons: **dépôt de carbone**
- Gradient d'hydrocarbures, loi de Fick: diffusion de nouvelles molécules sous le faisceau, etc...
- Solution: nettoyage au plasma (Oxygène ou 25%O+75%Ar, faible énergie de plasma (~12eV)), **propreté de l'échantillon**, immersion de la plupart de l'échantillon sous un large faisceau, ou observation sous azote liquide.



Solution: plasma cleaner

- Contamination pour t variable
- Imagerie et analyse X après une minute de nettoyage par plasma, et après 5 minutes
- Après 5 minutes, le carbone a presque totalement disparu

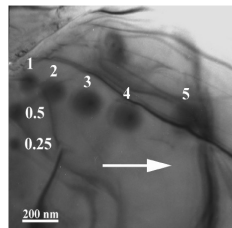


Fig. 1 304 stainless steel specimen after 1 minute of plasma cleaning.

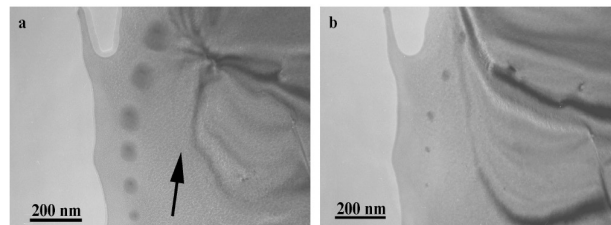


Fig. 2 SrTiO₃ bicrystal specimen after a) 1 minute and b) 5 minutes of plasma cleaning.

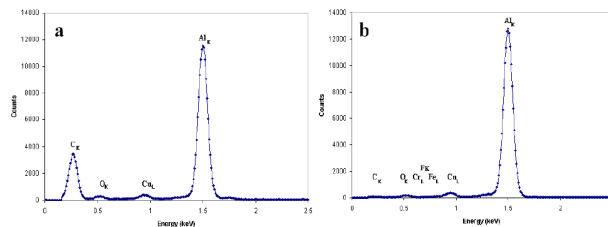
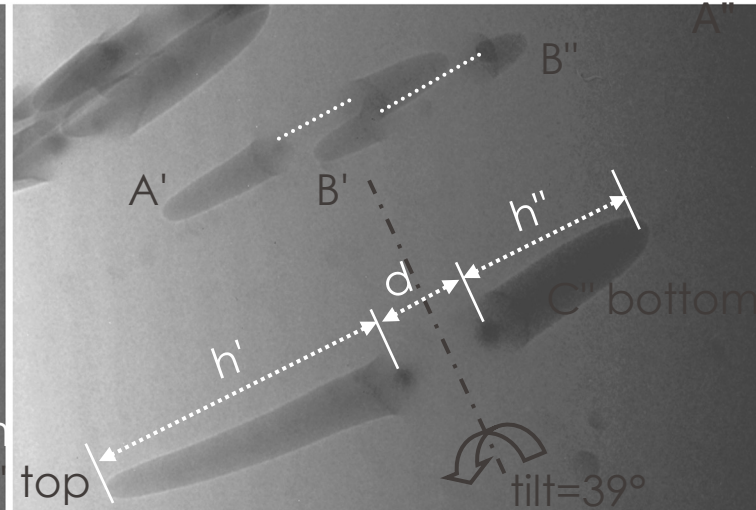
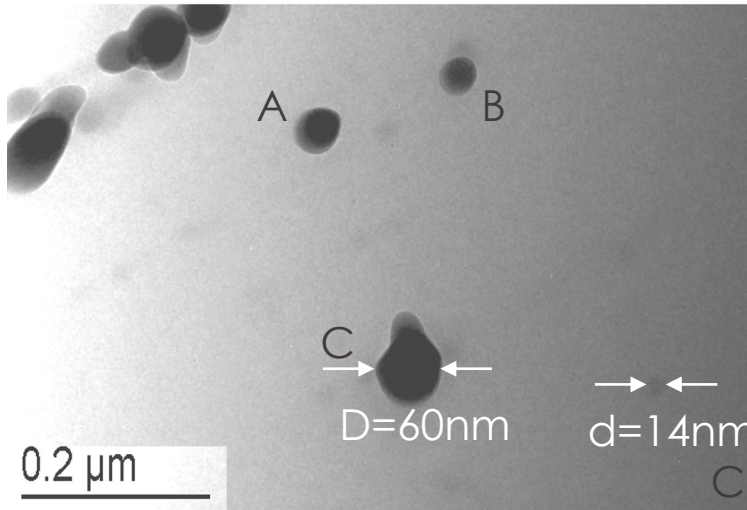
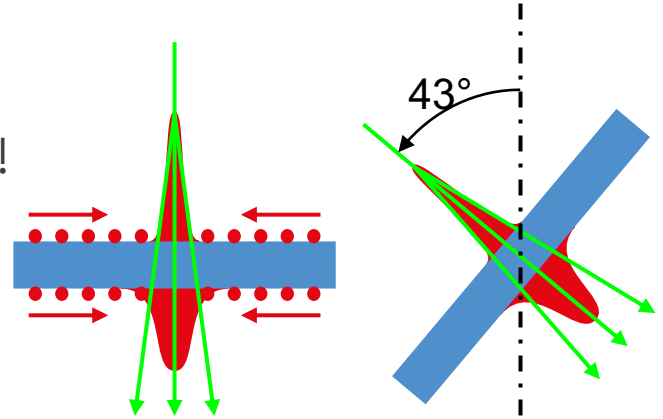


Fig. 3 EDS spectra of a Cu-Al alloy a) before and b) after 1 minute of plasma cleaning.

Contrastes: contamination

La contamination peut parfois être utile!

Mesure d'épaisseur d'un échantillon TEM, très localement (p.ex. après une mesure EDS)



Ce qu'il faut retenir...

- Principe: illumination, interaction avec l'échantillon, projection
- Mode diffraction ou image
- Diagramme de diffraction, axe de zone, indexion (identification de phase)
- Diaphragmes et plans focaux de la lentille objectif
- Champ clair ou champ sombre (BF – DF)
- Explication du contraste d'une image
- Franges d'égale épaisseur
- Franges de Fresnel
- Déformation

