

TEM:
microscopie
électronique à
transmission

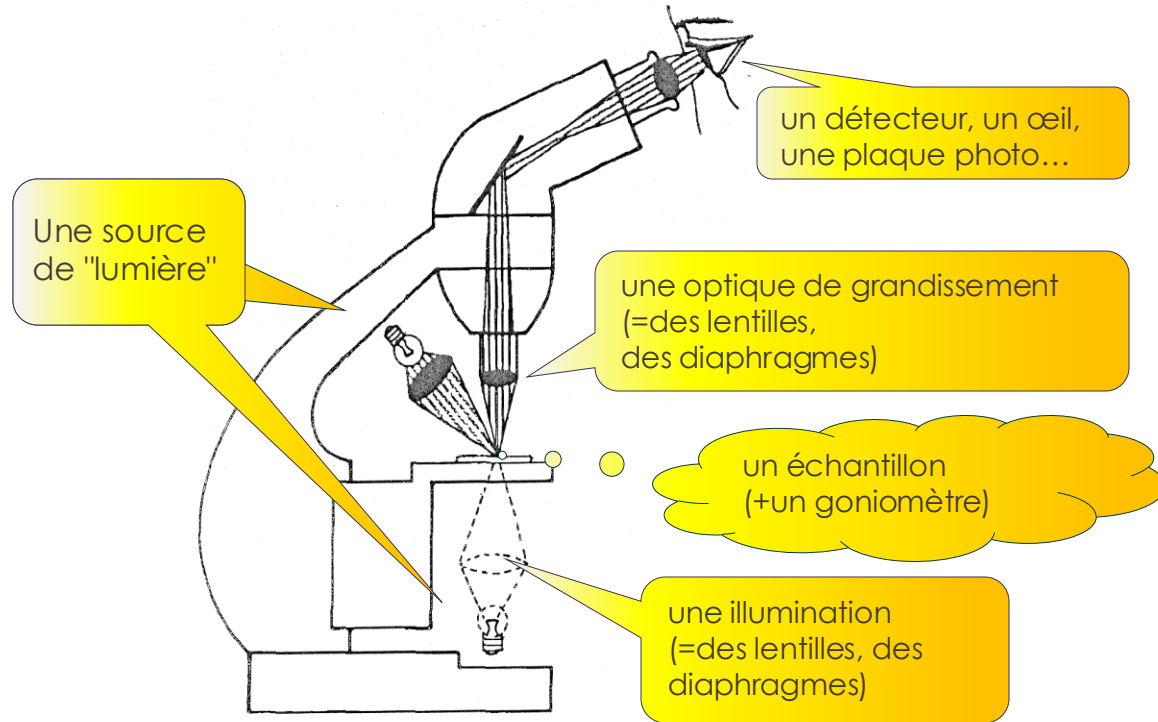
Aïcha Hessler-Wyser

PV-Lab

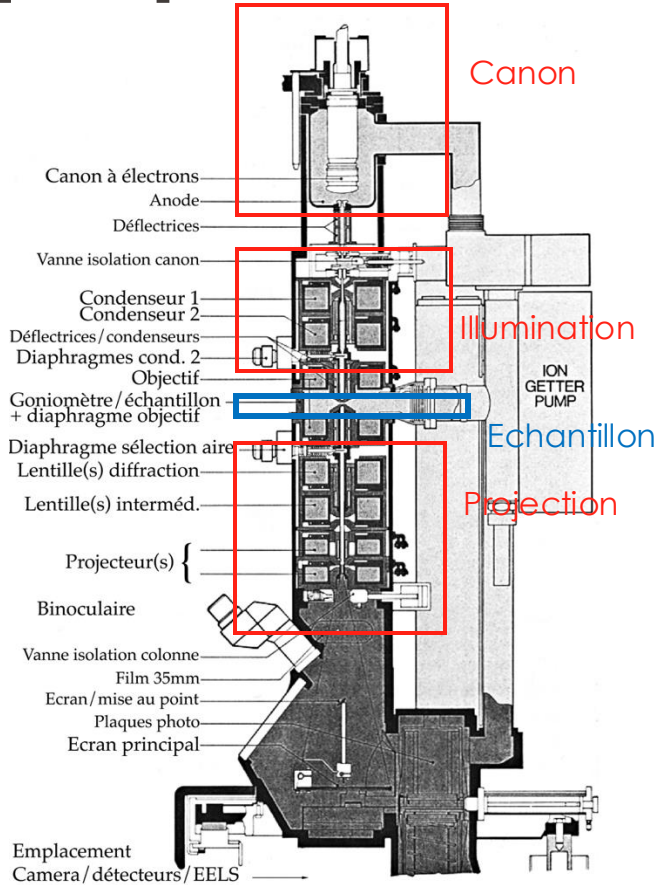
- Principes
- Interactions
- Diffraction dans un TEM
- Contrastes

TEM: microscopie électronique à transmission

Un microscope, c'est...



TEM: principe



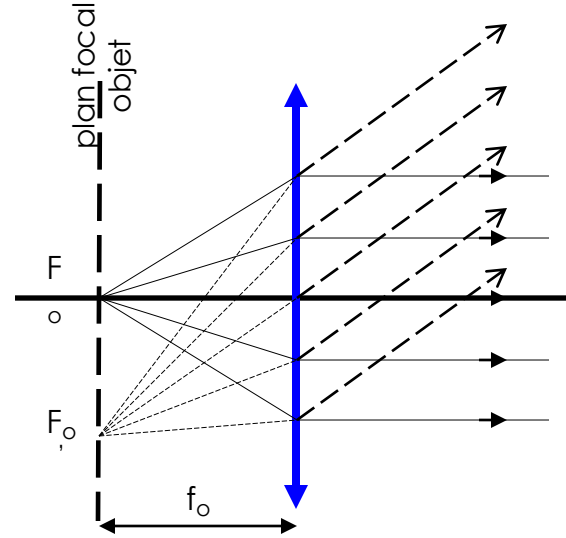
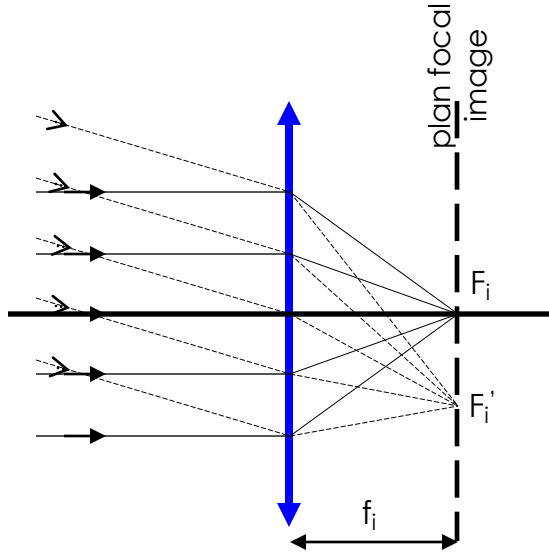
TEM: principe

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



Lentille: principe général

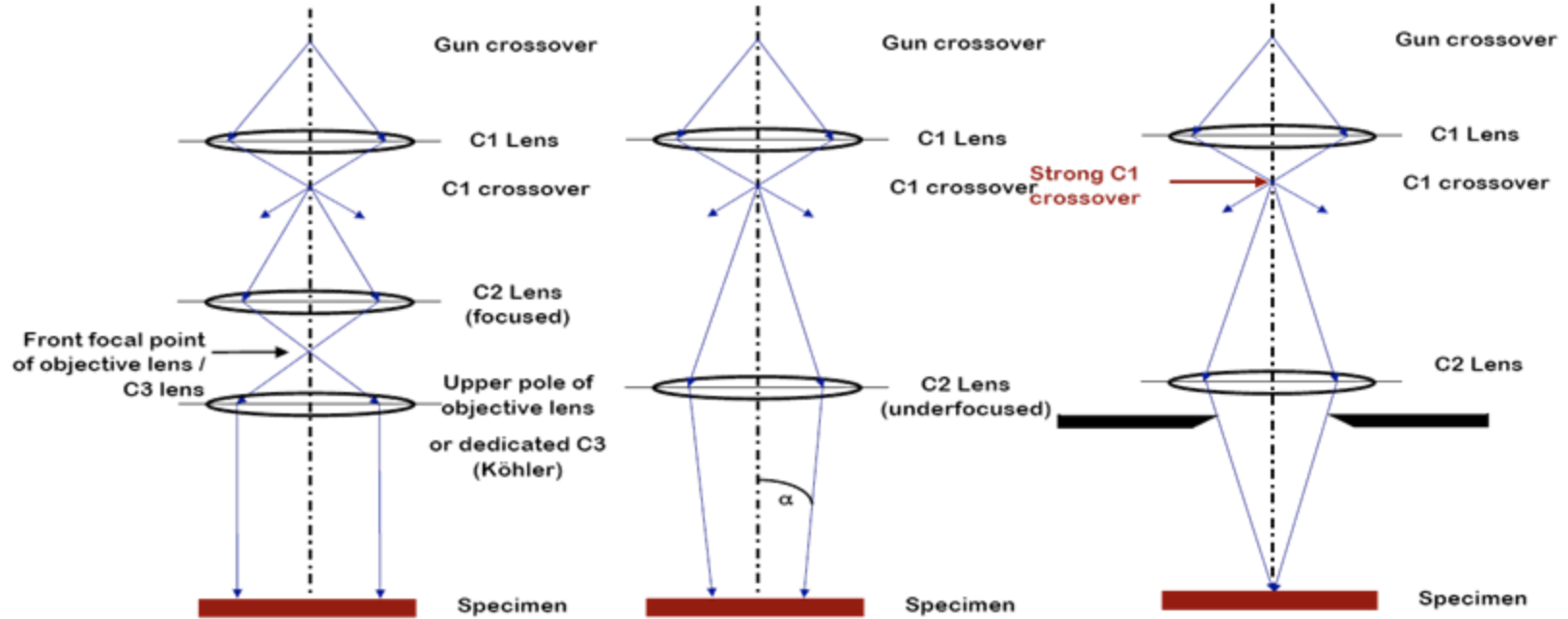
- Optique géométrique
 - En première approximation: lentille mince (i.e. sans défauts)



- Une image de la source placée au foyer objet F_0 du condenseur 2 produit une illumination parfaitement parallèle sur l'échantillon

Illumination: principe

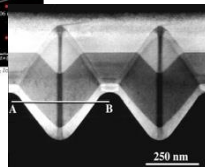
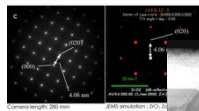
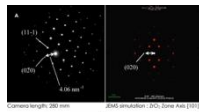
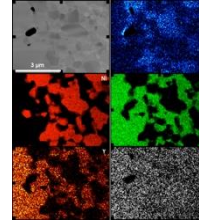
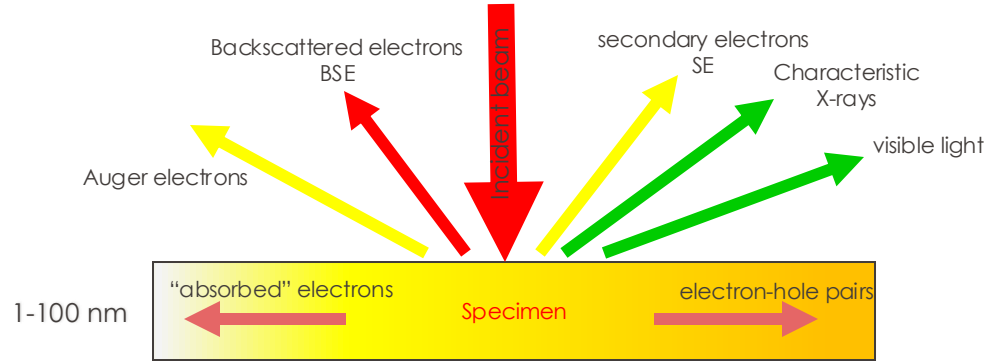
- Illumination parallèle ou convergente



Il faut une troisième lentille pour assurer une illumination parallèle

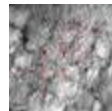
Interactions

- Electrons incidents sur un échantillon mince



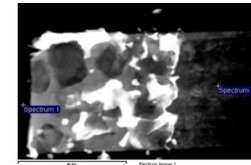
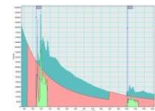
elastically scattered electrons

direct beam

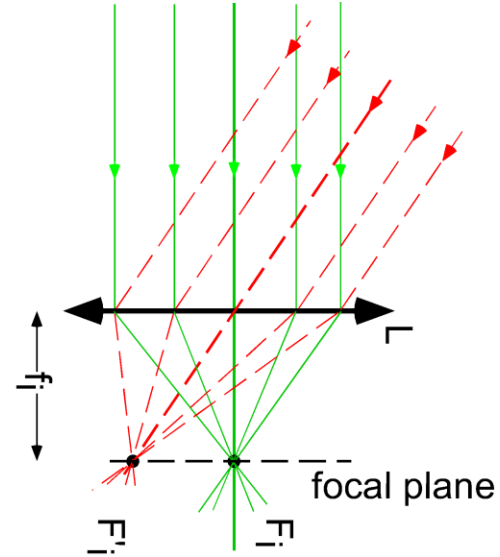
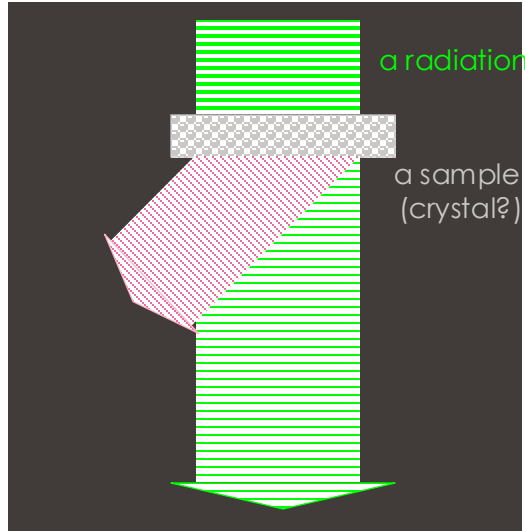


Bremsstrahlung X-rays

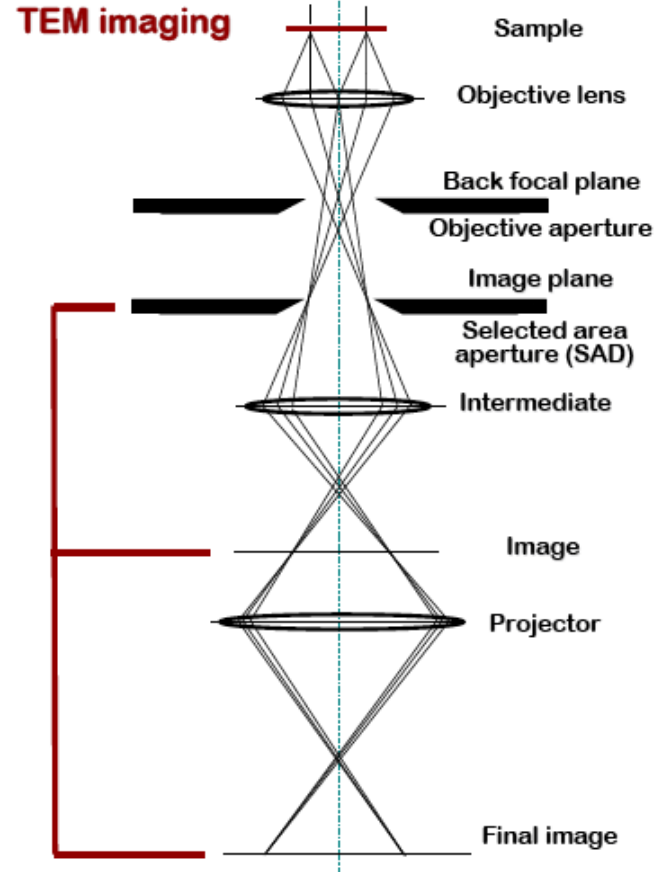
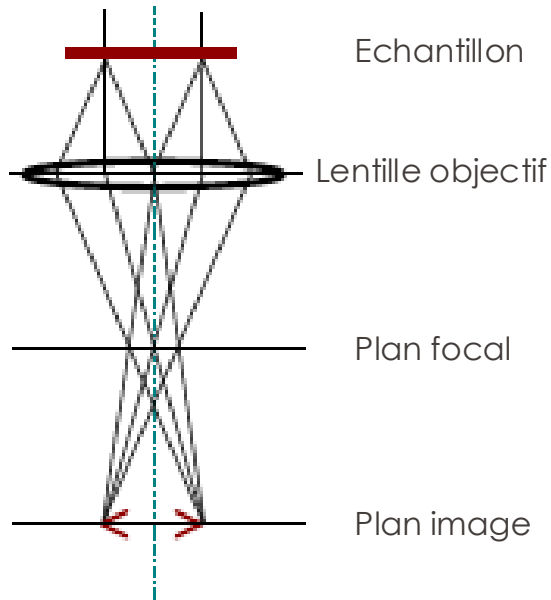
inelastically scattered electrons



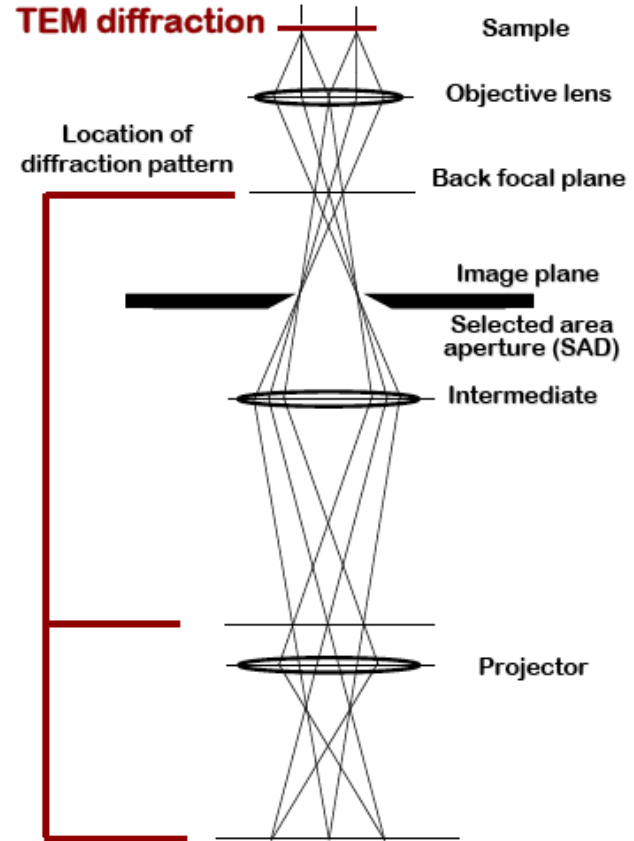
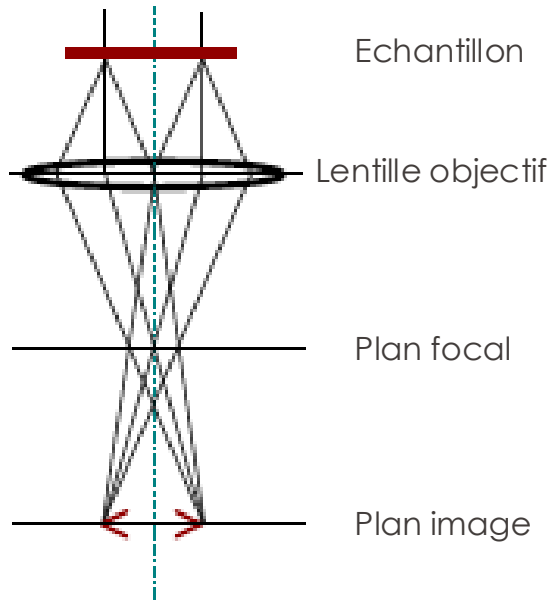
- Illumination parallèle
- Les électrons arrivant tous parallèlement sur la lentille objectif sont focalisés en un point: un spot transmis ou un spot diffracté



- Mode imagerie



- Mode diffraction

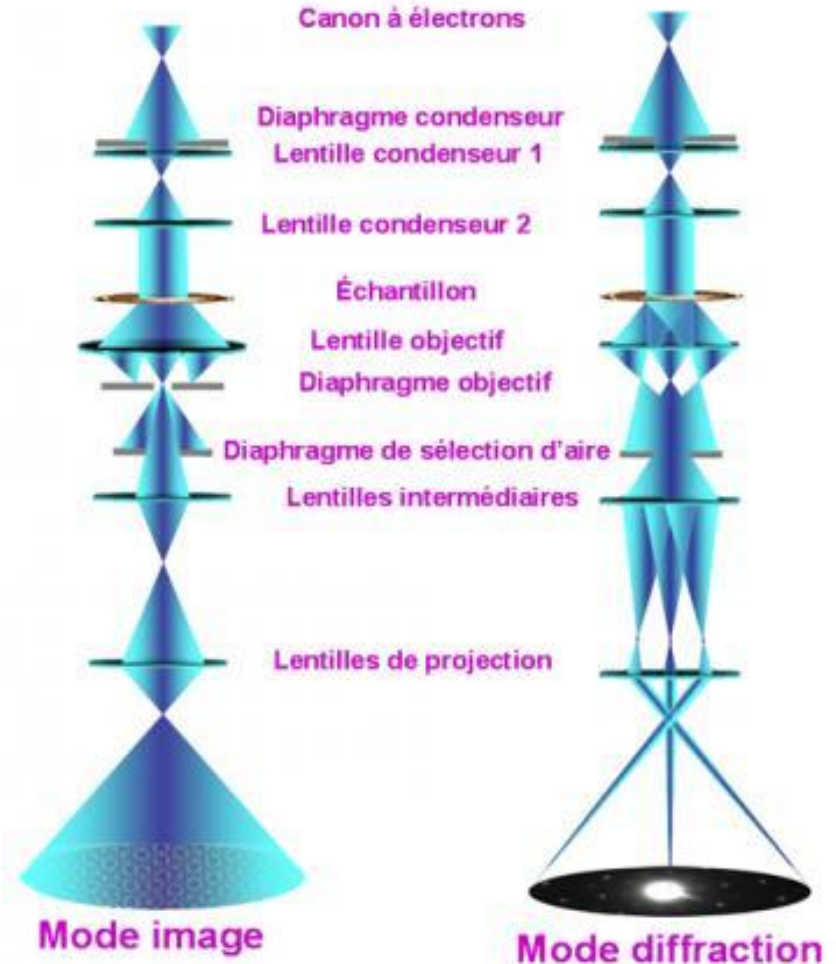


- Modes diffraction

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

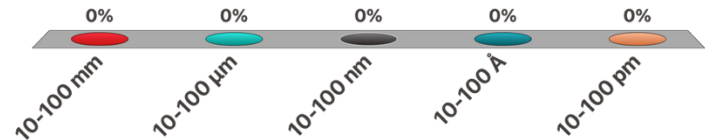
- Mode imagerie

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



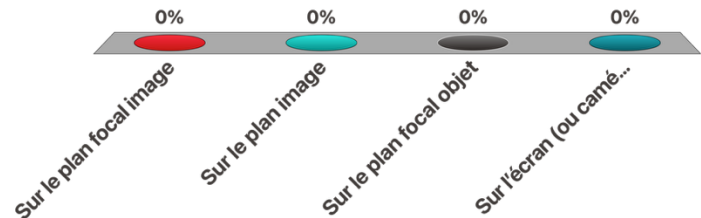
Quelle épaisseur typique doit avoir un échantillon TEM?

- A. 10-100 mm
- B. 10-100 μm
- C. 10-100 nm
- D. 10-100 Å
- E. 10-100 pm



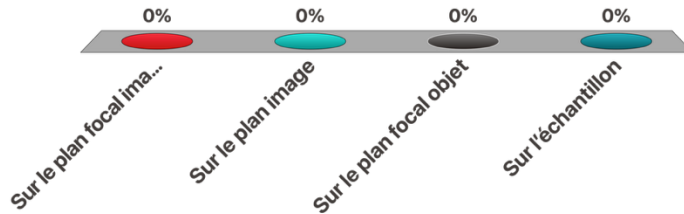
Où se forme la première figure de diffraction?

- A. Sur le plan focal image
- B. Sur le plan image
- C. Sur le plan focal objet
- D. Sur l'écran (ou caméra)



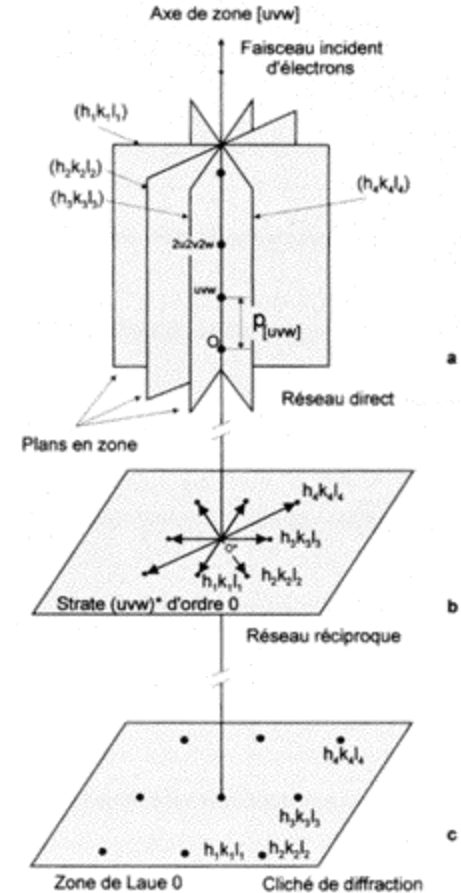
Où est placé le diaphragme objectif?

- A. Sur le plan focal image
- B. Sur le plan image
- C. Sur le plan focal objet
- D. Sur l'échantillon



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 Morinoli

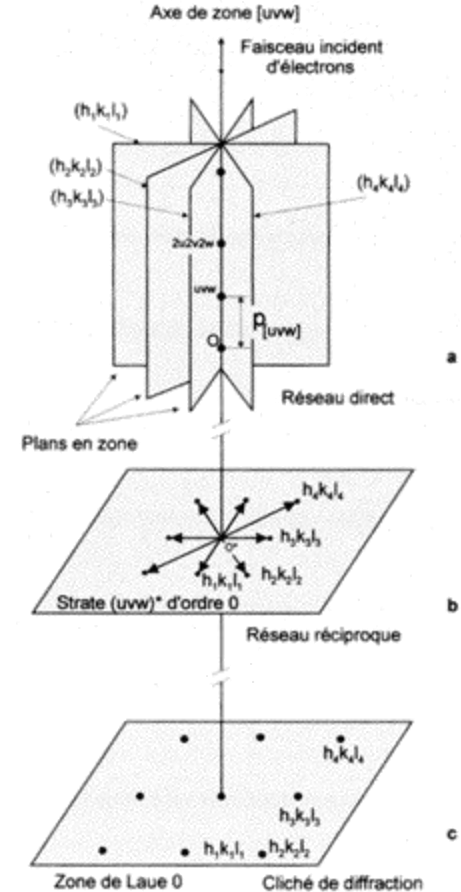
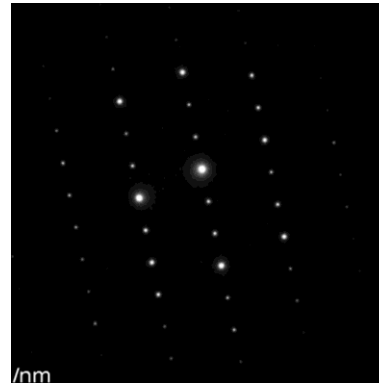
Axe de zone

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

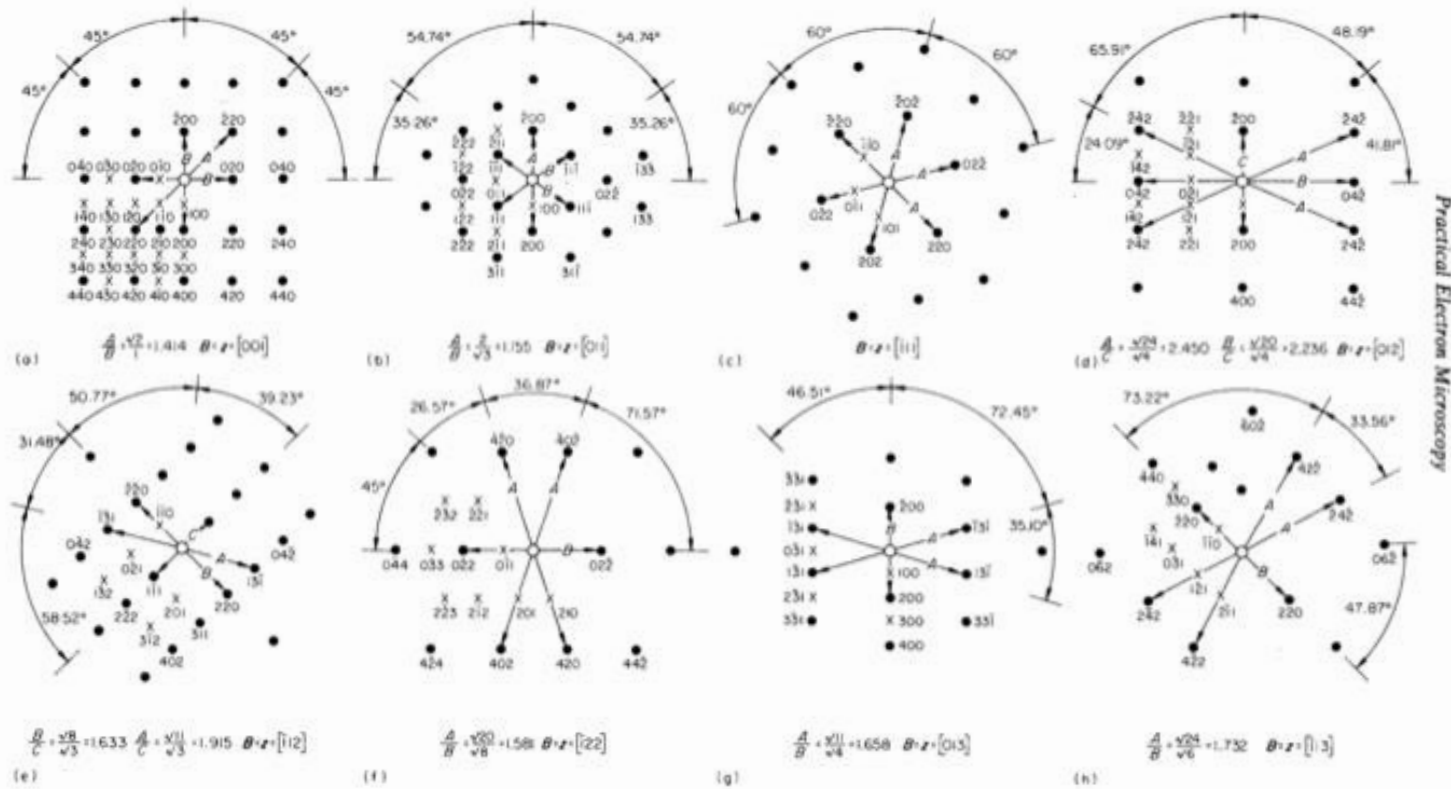
Lorsque le faisceau d'électrons incidents traverse le cristal le long de $[uvw]$, ces plans sont presque en condition de Bragg et une part d'intensité est malgré tout diffractée.

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

$$hu + kv + lw = 0$$



picture from Morniroli

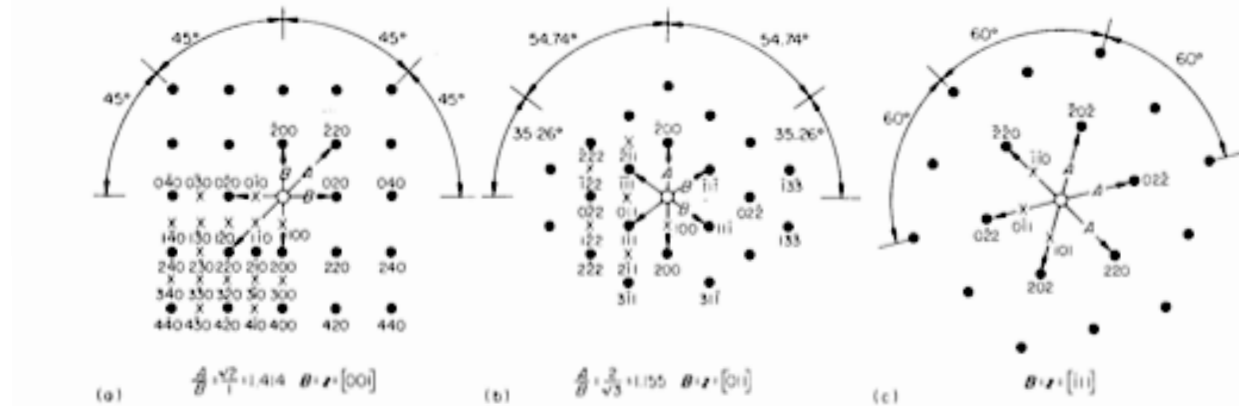


Practical Electron Microscopy

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

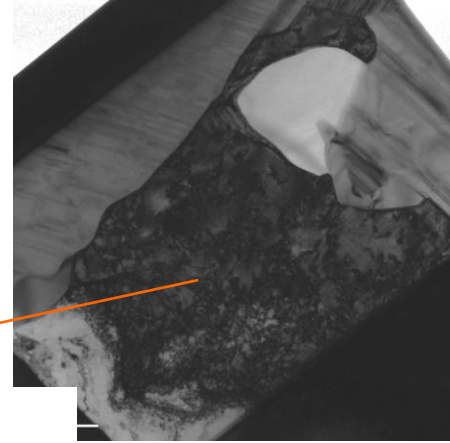
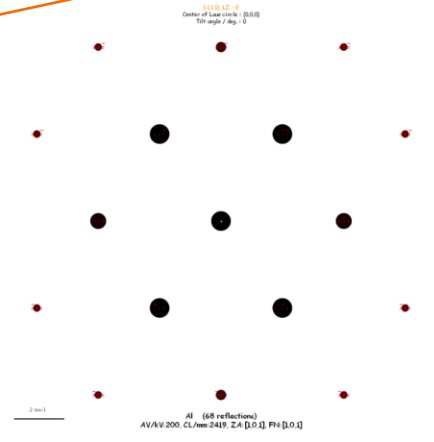
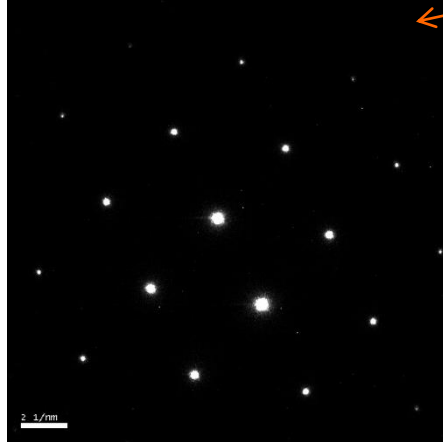
Axe de zone

- 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

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

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

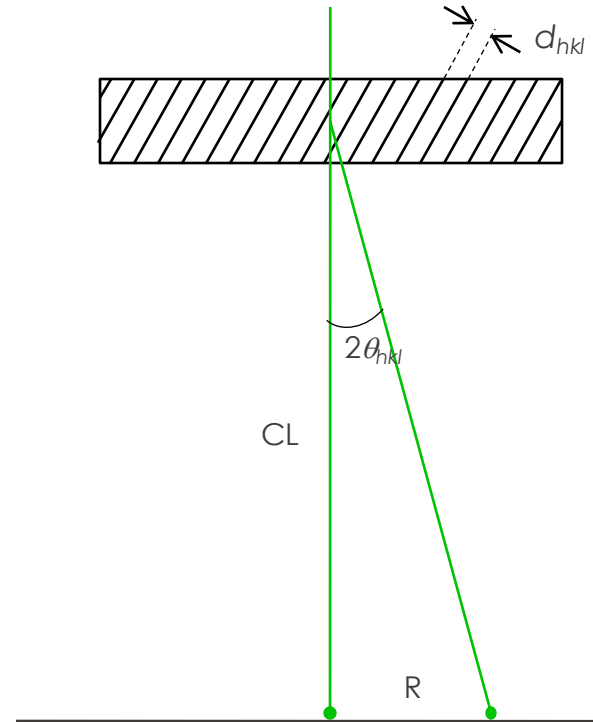
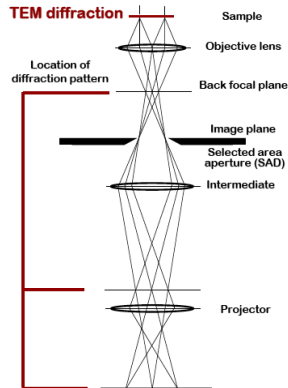
Pour de petits angles, $\theta \approx \sin\theta \approx \operatorname{tg}\theta$

Avec la loi de Bragg

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

on arrive à:

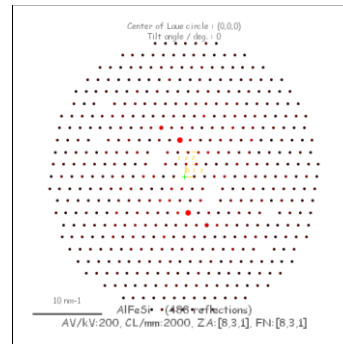
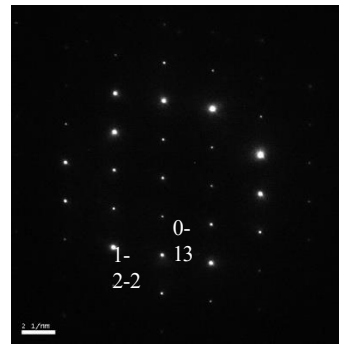
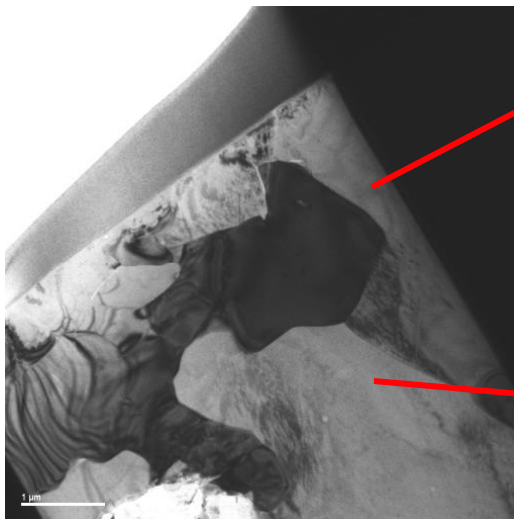
$$d_{hkl}R = \lambda CL (=cte)$$



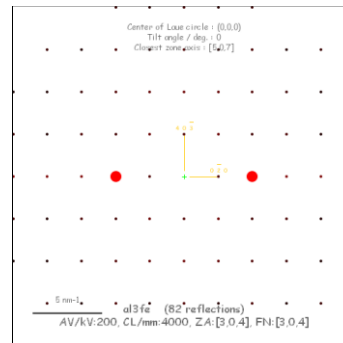
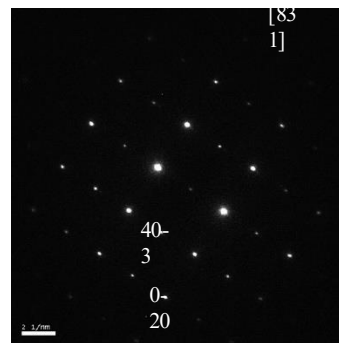
Identification de phases

- La distance entre deux spots est liée à la distance entre les plans cristallins
- L'analyse de plusieurs 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



Hexagonal α -(AlFeSi)

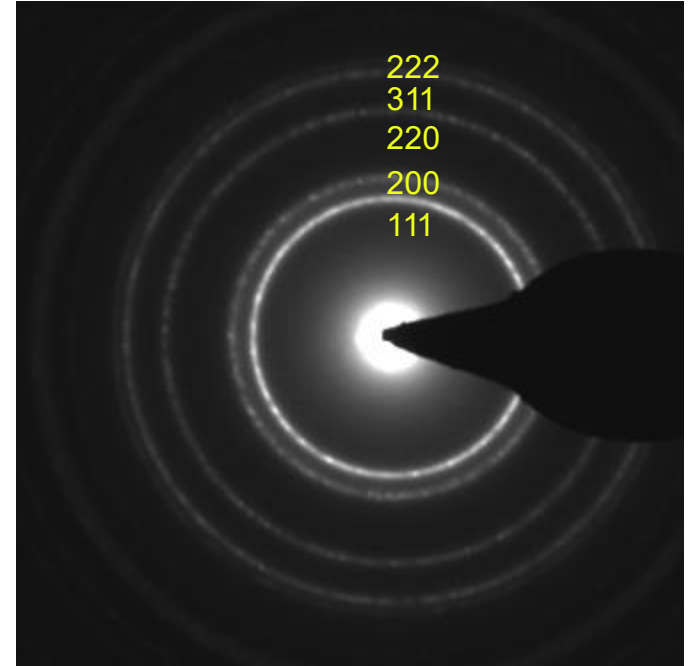
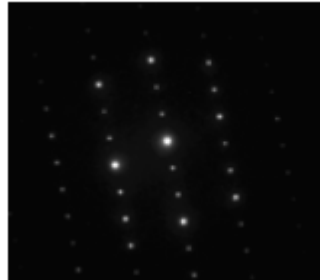


Monoclinic Al_3Fe

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

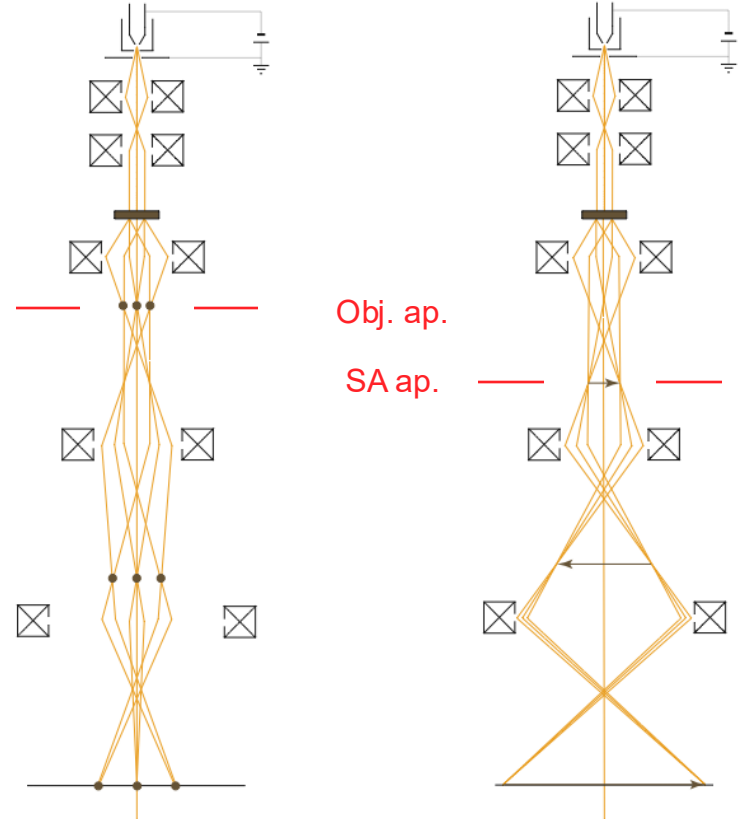
Diagramme de poudre

- 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

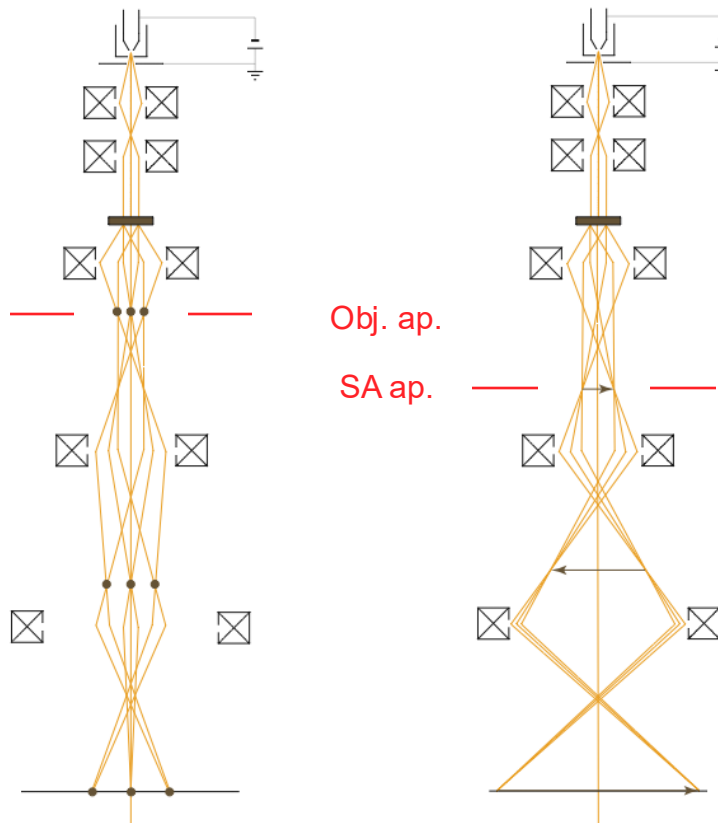


Différents contrastes pour différents modes

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

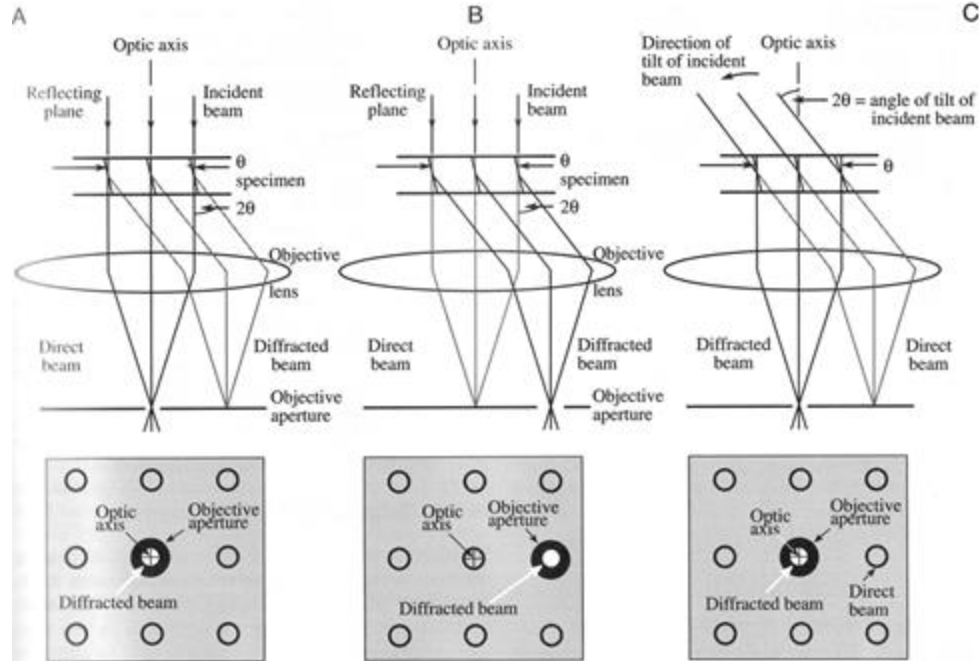
Position des diaphragmes objectifs et SA!!

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



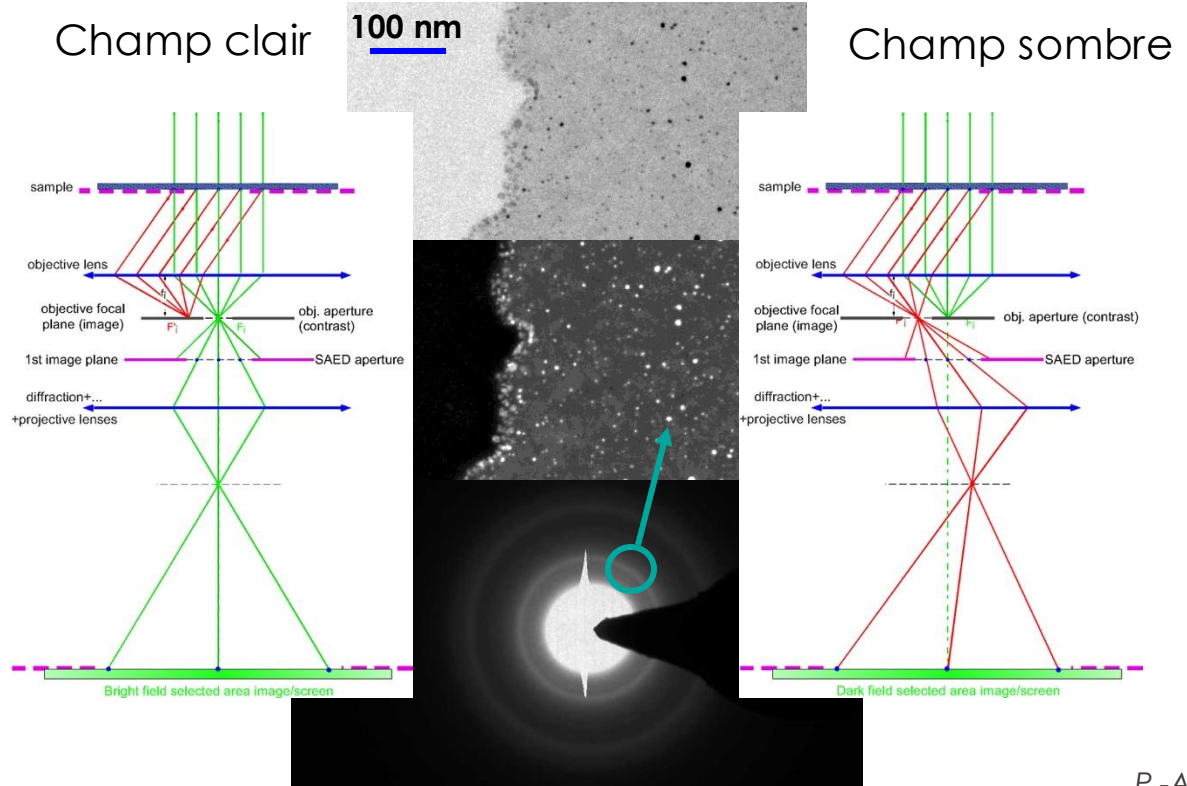
Mode image: Champ clair et champ sombre

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



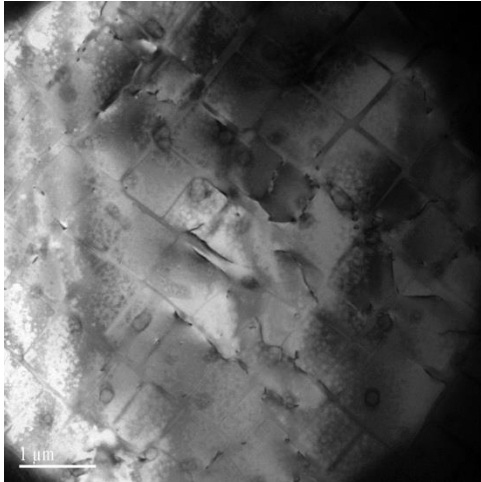
Champ **sombre** (DF
[hkl]): l'image est
formée avec le
faisceau diffracté ϕ_{hkl}

Mode image: Champ clair et champ sombre

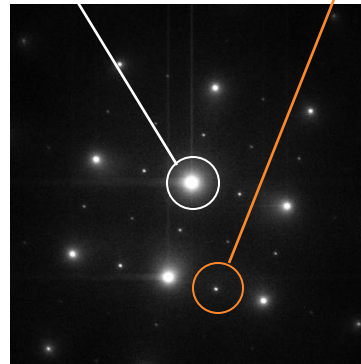
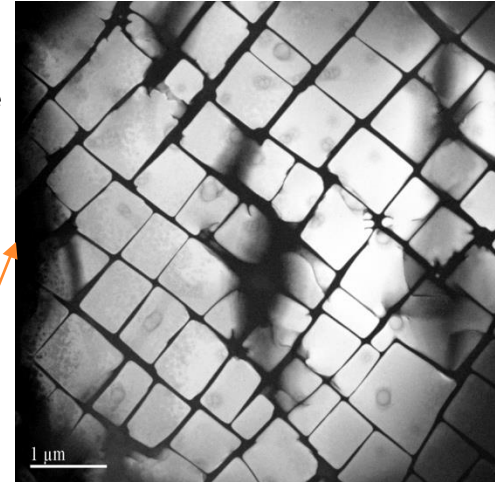


Nano-particules sur un film de carbone

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

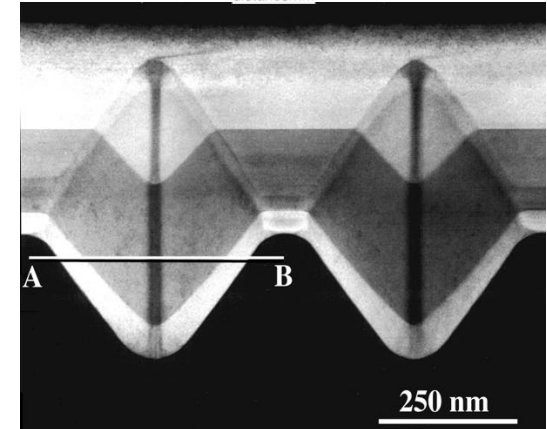
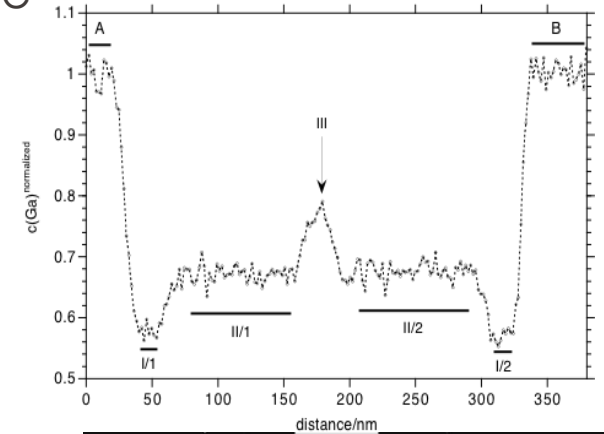
La diffraction sur un atome dépend de Z :

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

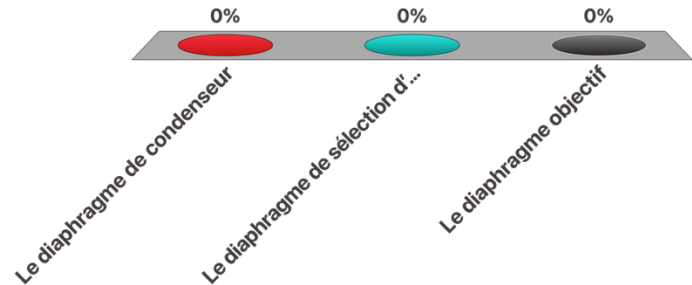
On peut donc voir une sorte de **contraste en Z** en choisissant les bons spots de diffraction

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



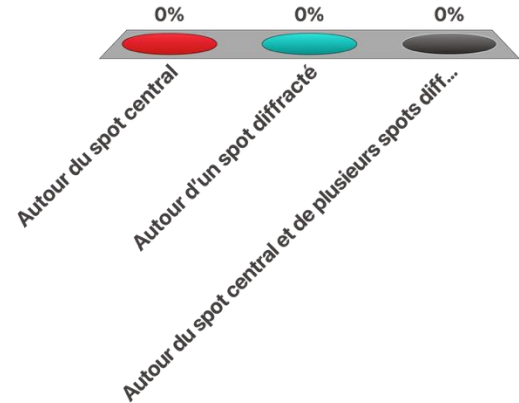
Quel diaphragme dois-je utiliser pour faire du champ clair?

- A. Le diaphragme de condenseur
- B. Le diaphragme de sélection d'aire
- C. Le diaphragme objectif



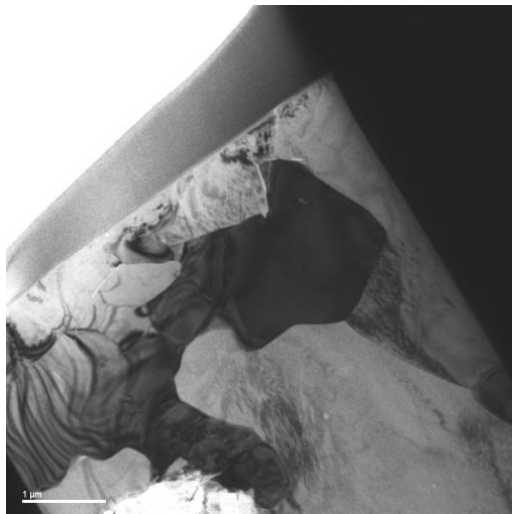
En champ sombre, autour de quel spot dois-je mettre mon diaphragme objectif?

- A. Autour du spot central
- B. Autour d'un spot diffracté
- C. Autour du spot central et de plusieurs spots diffractés



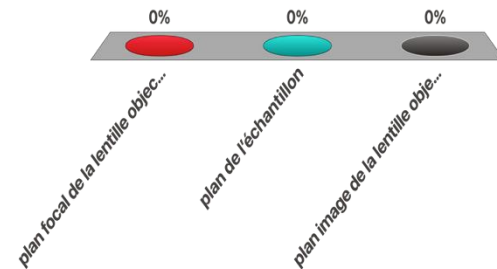
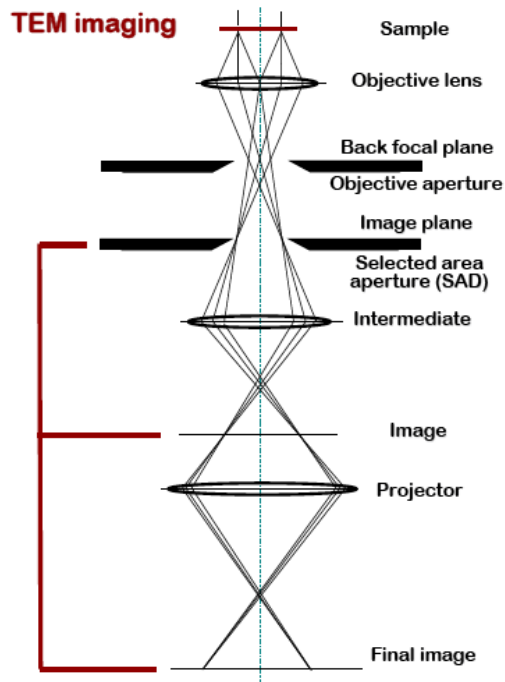
En champ clair, une région qui diffracte et est orientée selon un axe de zone apparaîtra

- A. clair
- B. foncé



Pour faire une image en champ sombre, je dois projeter sur l'écran le

- A. plan focal de la lentille objectif
- B. plan de l'échantillon
- C. plan image de la lentille objectif



Hypothèse: échantillon mince

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

$$I_g = |\phi_g|^2 \qquad I_o = |\phi_o|^2$$

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-Wheelan:
- (ϕ_g : faisceau diffracté, ϕ_o , faisceau transmis,
- ξ_g et ξ_o les distances d'extinction correspondantes, z l'épaisseur)

$$\frac{\phi_g}{z} = \frac{\pi i}{\xi_o} \phi_g + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_o \exp[-2\pi i s z]$$

$$\frac{\phi_o}{z} = \frac{\pi i}{\xi_o} \phi_o + \frac{\pi i}{\xi_g} \phi_g \exp[2\pi i s z]$$

Contrastes: franges d'égales épaisseur

Si on résout les équations différentielles:

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

avec la distance d'extinction:

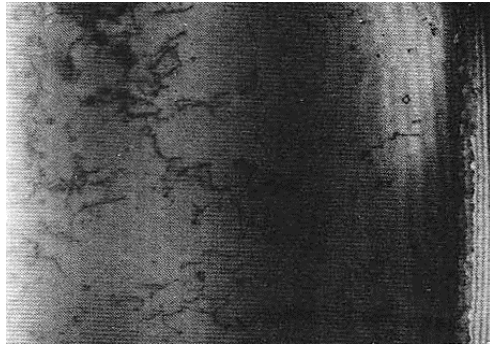
$$\xi_g = \frac{\pi V_e \cos \vartheta_B}{\lambda F_g}$$

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

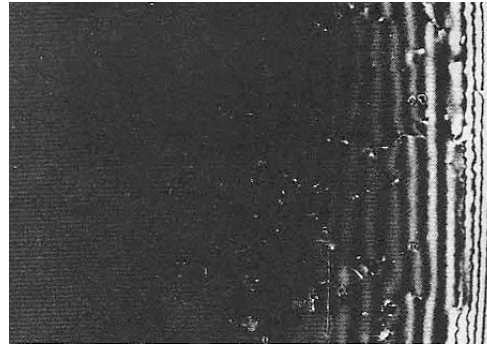
Note: pour pouvoir résoudre les équations, on ne considère que deux faisceau: le transmis et un diffracté, on parle alors de **condition deux ondes**.

Contrastes: franges d'égales épaisseur

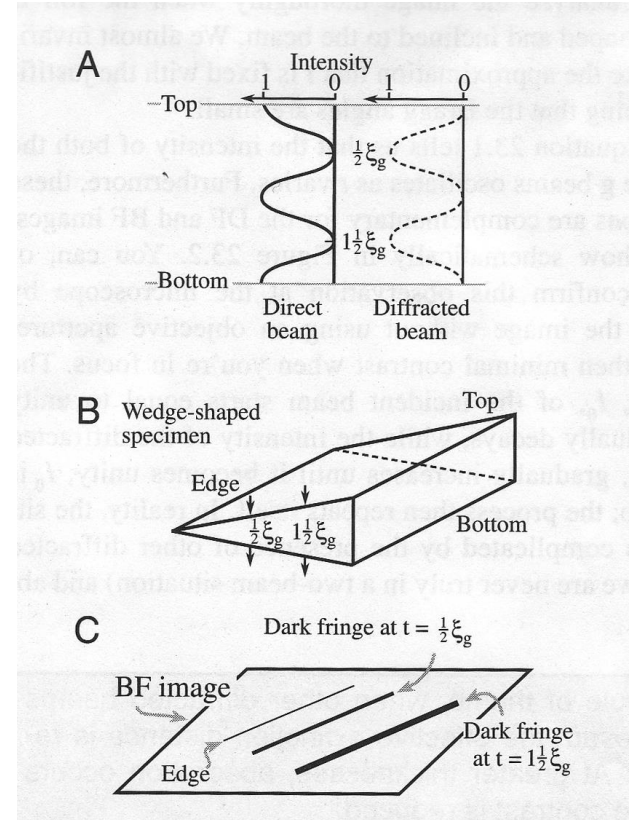
L'intensité des faisceaux diffractés et transmis varie donc périodiquement avec l'épaisseur t . Un échantillon d'épaisseur variable présentera donc des **franges d'égale épaisseur**, en champ clair comme en champ sombre



Champ clair



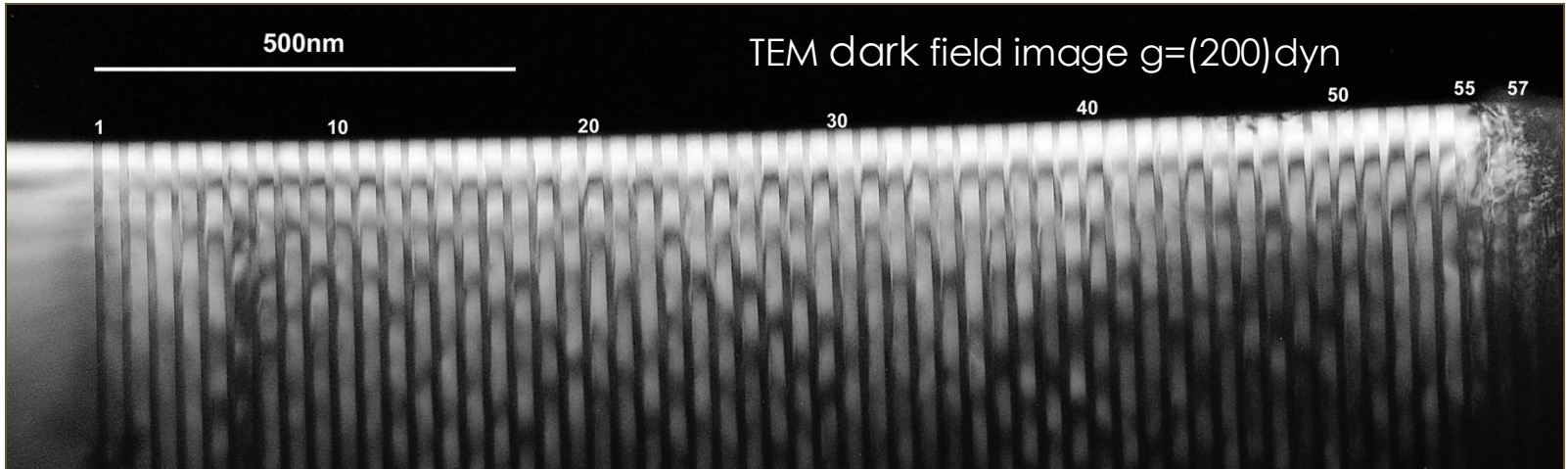
Champ sombre



Contrastes: épaisseur et composition

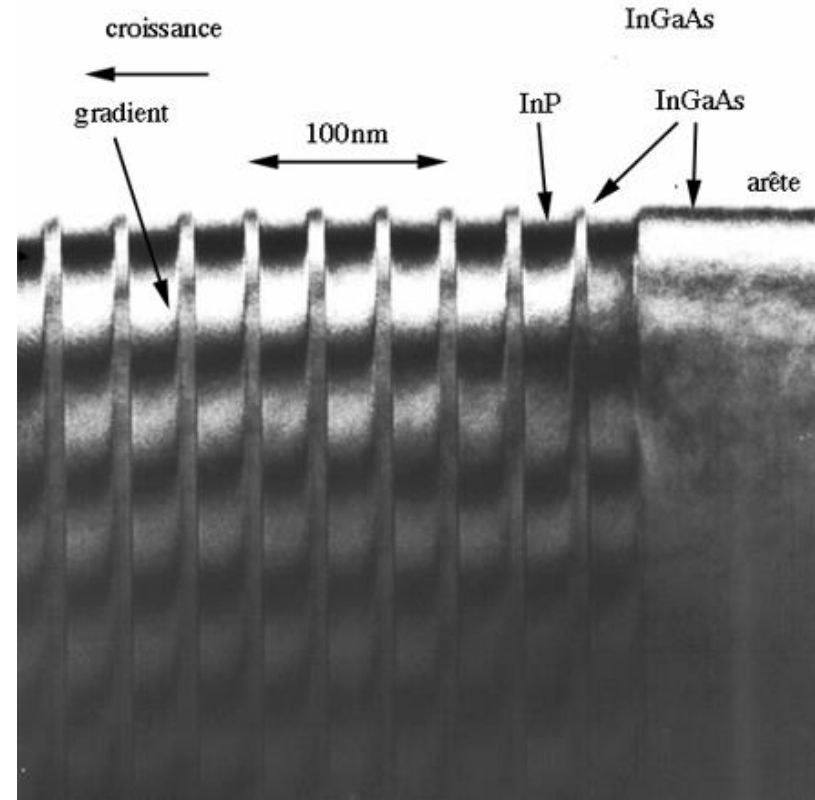
ξ_g dépend de l'épaisseur, mais aussi du facteur de structure, et donc de la composition chimique!

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



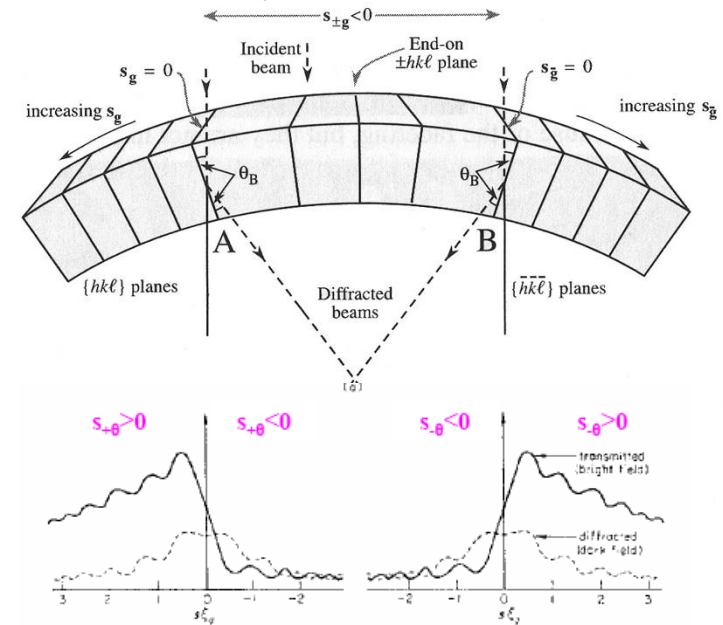
Structure multicouches complexe

- 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.



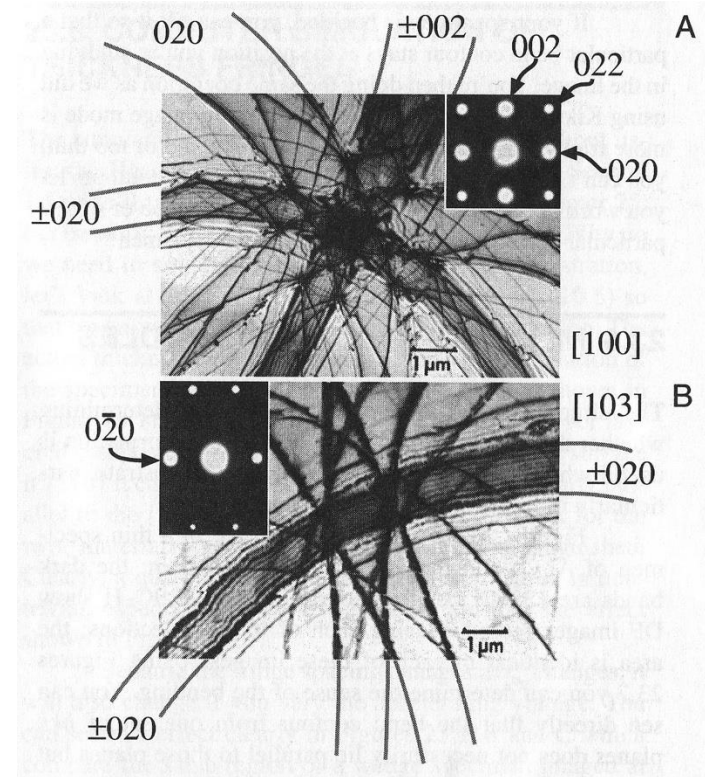
Echantillons déformés

- 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 $+g$, $-g$, et aux ordres supérieurs ($\pm ng$, $n > 1$) de diffraction.



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

Identification des dislocations

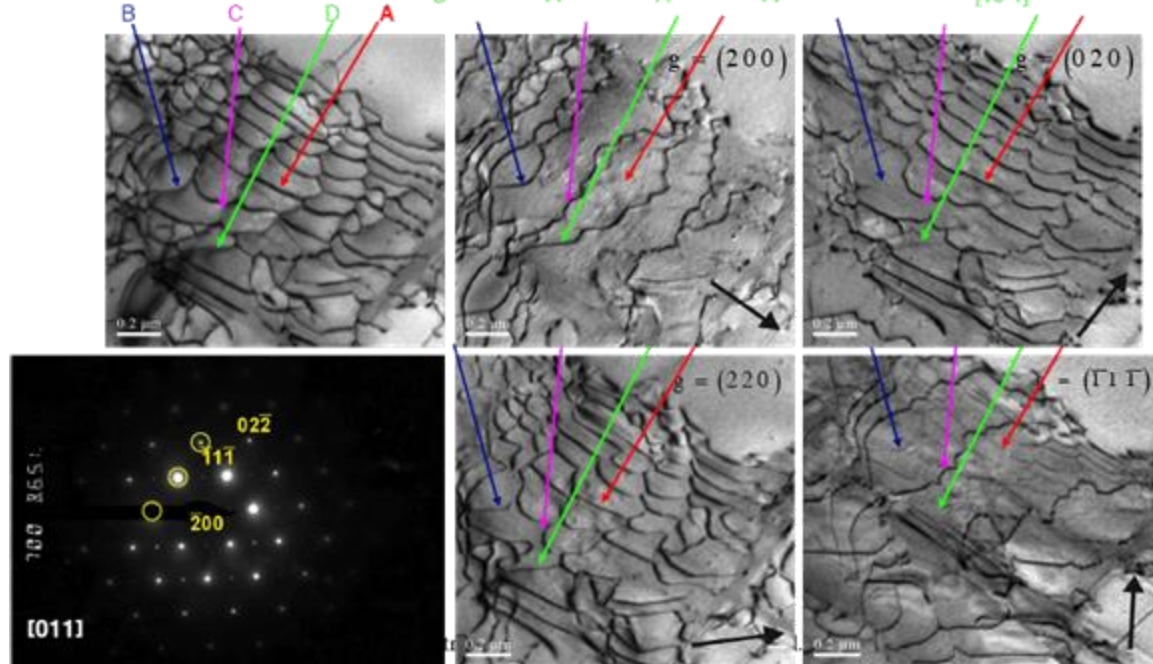
Superalliages à base de nickel,
partie d'une aube de turbine à gaz

Vecteur de Burger

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

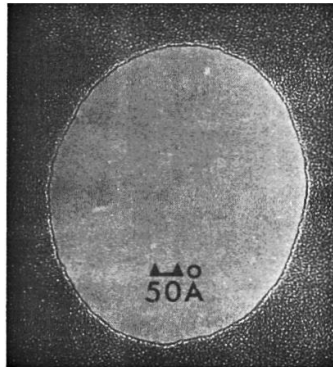
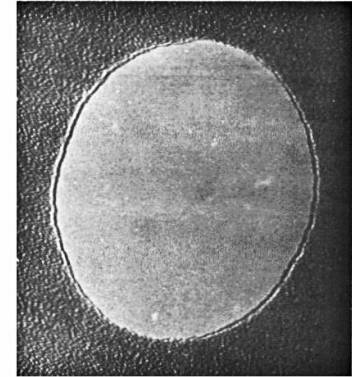
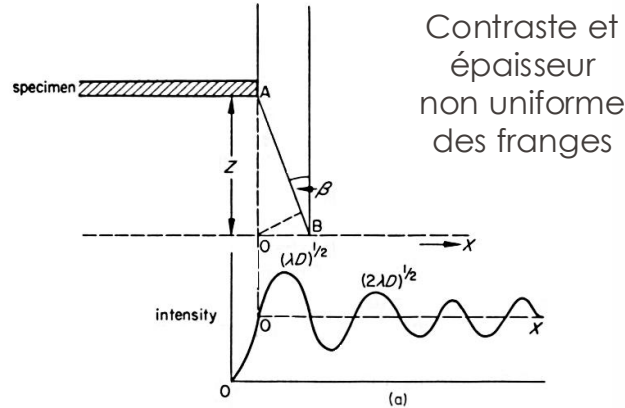
Si **g** // **b**, dislo visible
Si **g** \perp **b**, dislo
invisible

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

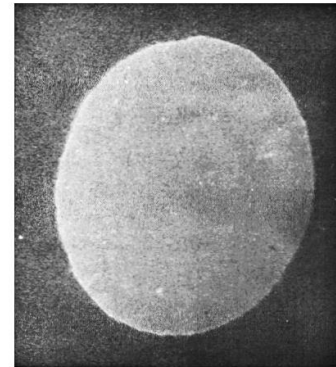


Contrastes: franges de Fresnel et astigmatisme

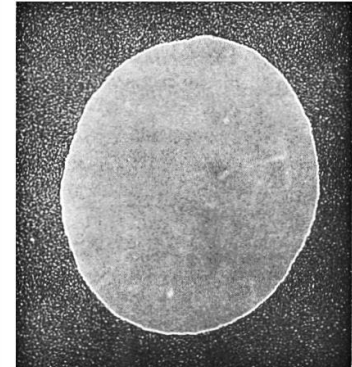
- **Hypothèses:** cohérence, $\lambda < \text{objet}$, objet plan, distance d'observation $>$ plus grande dimension de l'objet
- Réglage de l'astigmatisme sur le bord du trou d'un film de carbone



Frange uniforme (sous focalisé)



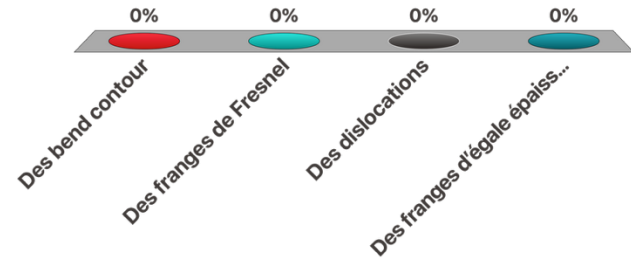
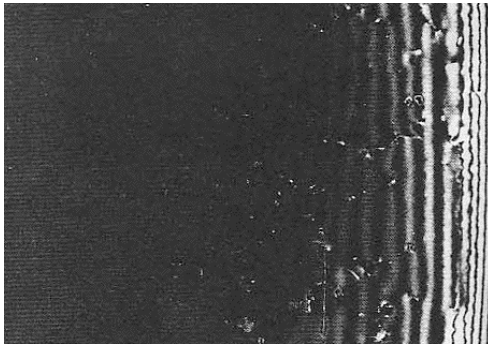
Pas de frange (min de contraste, focalisé)



Frange uniforme (sur-focalisé)

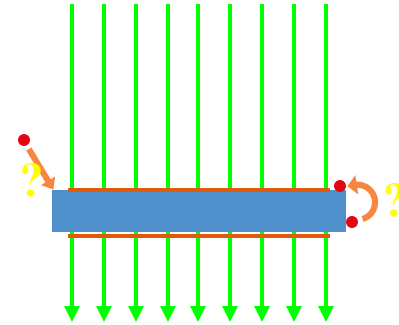
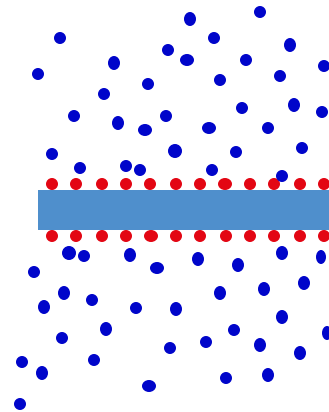
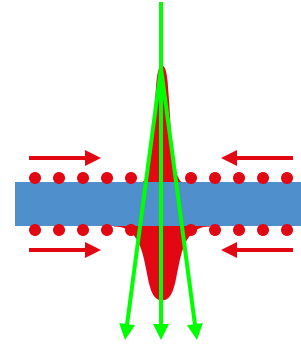
Que sont les contrastes de la figure ci-dessous?

- A. Des bend contour
- B. Des franges de Fresnel
- C. Des dislocations
- D. Des franges d'égalé épaisseur



Contrastes: contamination

- 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.



Contrastes: contamination

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

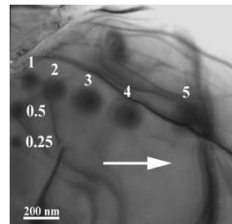


Fig. 1 304 stainless steel specimen after 1 minute of plasma cleaning.

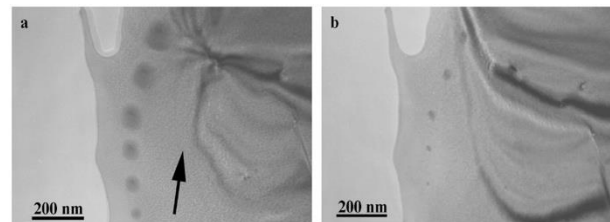


Fig. 2 SrTiO₃ bicrystal specimen after a) 1 minute and b) 5 minutes of plasma cleaning.

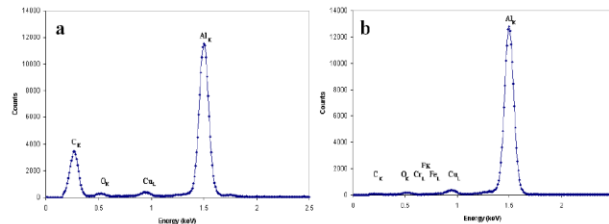
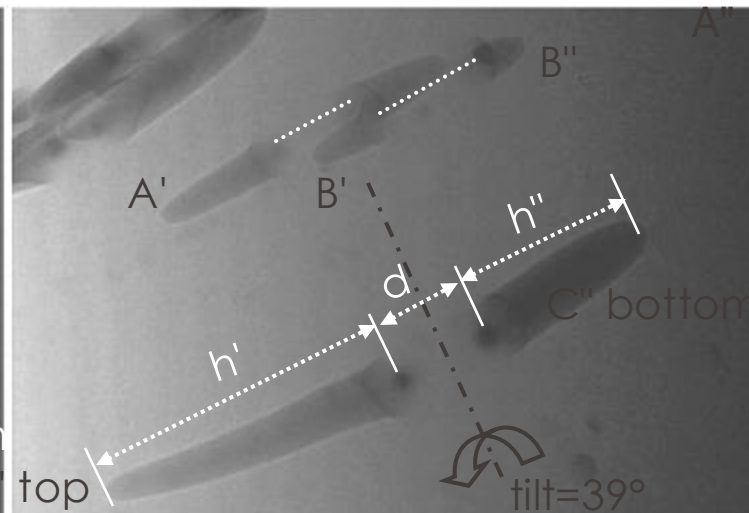
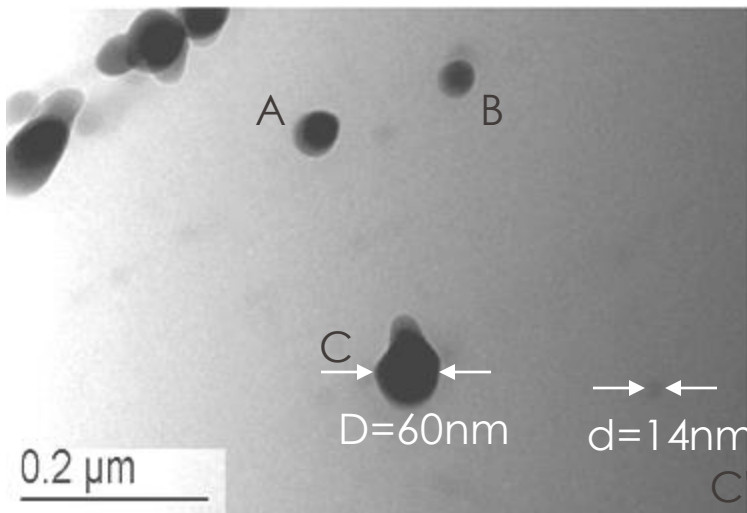
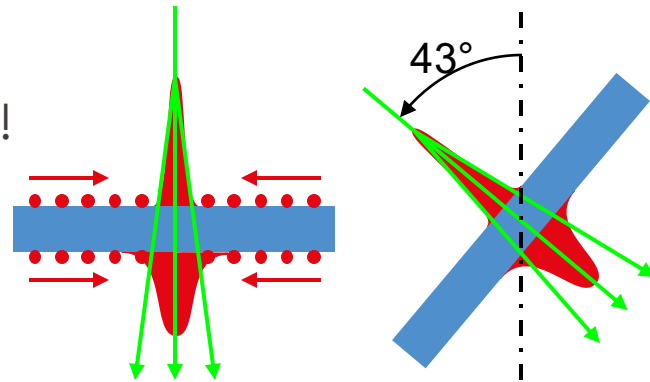


Fig. 3 EDS spectra of a Cu-Al alloy a) before and b) after 1 minute of plasma cleaning.

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

