

# STEM - Microscope électronique en transmission à balayage

## Principe STEM

Le STEM peut être considéré comme un microscope électronique en transmission fonctionnant en mode balayage. Au lieu d'une sonde parallèle, l'échantillon mince est parcouru par une sonde focalisée (faisceau convergent).

Les électrons traversant l'échantillon mince forment, sous celui-ci, une image de diffraction, laquelle est collectée par deux détecteurs distincts.

Le détecteur BF (bright field), situé verticalement centré sous l'axe du faisceau, détecte les électrons transmis tout droit sans déviation significative.

Le détecteur ADF (annular dark field), disposé en anneau autour du détecteur BF, est mis en place pour collecter les électrons diffusés à faibles angles, c'est-à-dire essentiellement les électrons diffractés.

Le signal obtenu dépend fortement de la diffraction de Bragg issue des différents grains.

La surface de l'échantillon est balayée point par point, et à chaque position le signal est enregistré. Celui-ci correspond à l'intégrale du nombre d'électrons reçus sur toute la surface du détecteur. De cette manière, l'image est générée pixel par pixel.

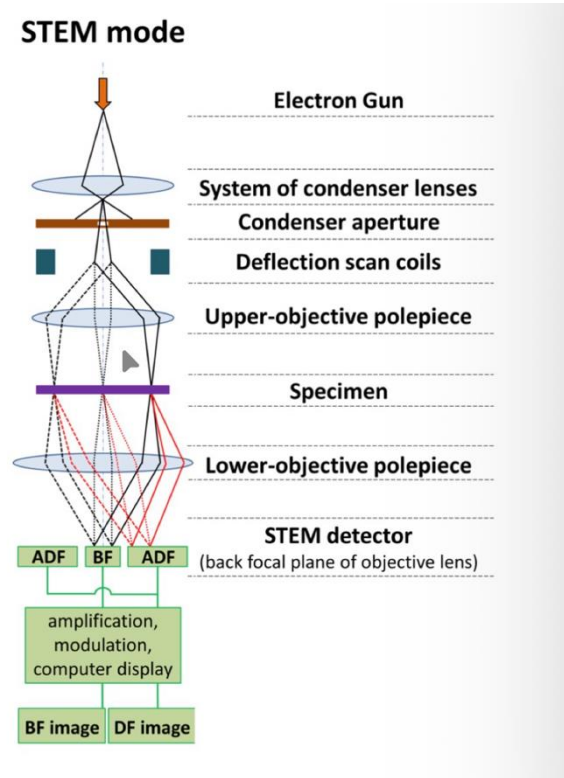


Figure 1 : Setup STEM

## Contraste de diffraction

Comme évoqué précédemment, le détecteur BF est positionné de manière à ne capter que les électrons transmis, ce qui produit une image similaire à celle obtenue en TEM. Les anneaux de diffraction externes sont capturés par le détecteur ADF. En ce qui concerne le contraste obtenu :

Les particules ou zones cristallines qui diffractent fortement dévient davantage les électrons vers le détecteur ADF. Elles génèrent donc un signal élevé, apparaissant plus clair dans l'image ADF.

À l'inverse, dans l'image BF, seules les régions transmettant les électrons (comme les trous, zone n'étant pas en condition de diffraction ou zones minces) produisent un signal important. Elles apparaissent ainsi plus claires, tandis que les particules fortement diffractantes apparaissent plus sombres.

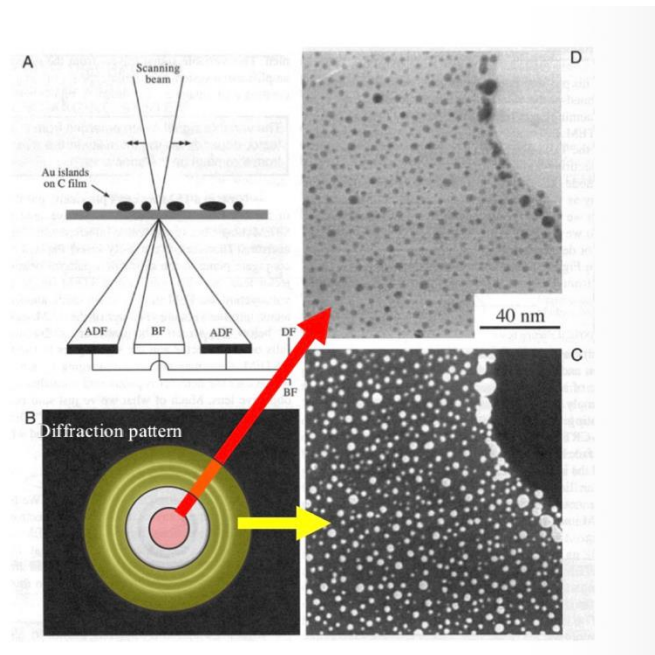


Figure 2 : détecteur BF vs. ADF

### Angles de convergence et de collection

L'angle sous lequel le faisceau est focalisé sur l'échantillon est noté  $\alpha$  et s'appelle demi-angle de convergence. Les positions des détecteurs sont également décrites par des angles. Comme ils sont symétrique autour de l'axe optique, leurs dimensions sont caractérisées par les angles  $\beta_{BF}$  et  $\beta_{ADF}$ , appelés demi-angles de collection. La taille des détecteurs impose des contraintes sur les angles acceptés et sur leur distance, afin d'obtenir un signal exploitable. Il est donc nécessaire de connaître ces deux types d'angles. En particulier, si l'angle de convergence augmente, les disques de diffraction peuvent se superposer, ce qui entraîne des interférences indésirables. L'objectif est généralement d'éviter tout mélange entre les électrons provenant de sources différentes. Une manière de contrôler ces angles et de définir la taille de la sonde consiste à utiliser les diaphragmes, mais ceux-ci modifient simultanément le courant de sonde.

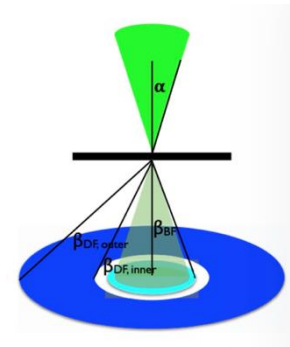


Figure 3 : les demi-angles

La longueur de caméra en STEM n'est pas réellement la distance physique qui change, mais plutôt un réglage des lentilles qui modifie la magnification du motif de diffraction. Alors, elle modifie les angles avec lesquels les électrons transmis ou diffractés atteignent les détecteurs. Cela est crucial, car la longueur de caméra permet ainsi de contrôler sur quel détecteur arrivent les électrons pour une gamme d'angles donnée. Une longueur de caméra plus grande produit un motif de diffraction plus étalé, tandis qu'une longueur plus courte entraîne une réduction de la taille des tâches de diffraction.

Ainsi, une longueur (ou angle) de caméra plus grande offre une meilleure résolution angulaire et moins de superposition sur les détecteurs, comme illustré sur la *Figure 4*, où seul le faisceau transmis central atteint le détecteur BF.

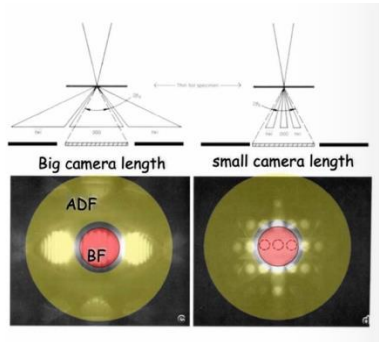


Figure 4 : La longueur de caméra

### Contraste en Z

La troisième catégorie d'électrons détectés en STEM provient du phénomène de diffusion. La diffusion correspond à la déviation des électrons lors de leur interaction coulombienne avec le noyau atomique, ce qui conduit à des angles beaucoup plus élevés que ceux associés à la diffraction. Ces électrons sont collectés par un troisième détecteur annulaire (le HAADF : High Angle Annular Dark Field), de rayon plus élevé que celui du détecteur ADF. Les électrons collectés par ce détecteur fournissent une information concernant le numéro atomique Z des atomes qui agissent comme diffuseurs et sur l'épaisseur.

$$I \propto tZ^{1.6 - 2}$$

où I est l'intensité collectée et t l'épaisseur de l'échantillon. Alors l'intensité augmente avec Z à l'exposant 1.6 à 2. Ces signaux sont utilisés pour distinguer les différents éléments chimiques.

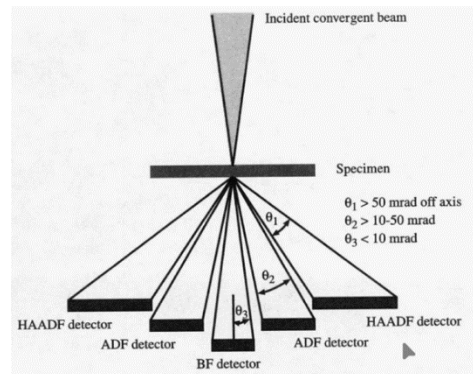


Figure 5 : Le détecteur HAADF ajouté

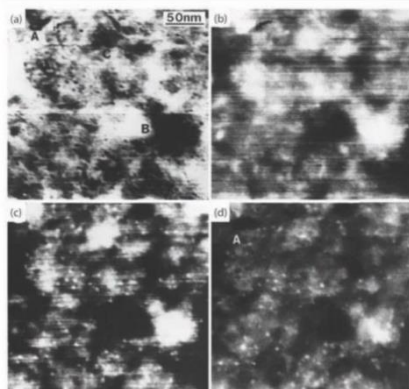


Figure 3-11. Images of a Pt particles on  $\gamma$ -alumina recorded in (a) bright field, (b) low-angle ADF, (c) HAADF, and (d) the ratio of high-angle to low-angle ADF signals. Particle contrast is highest in the HAADF image, reproduced from M. M. J. Treacy, PhD thesis, University of Cambridge, 1979, with permission.

Figure 6 : Comparaison des images des détecteurs

- a) BF
- b) ADF
- c) HAADF
- d) HAADF moins le signal de ADF

Les particules sont les plus visibles en HAADF

## **Effet de la défocalisation**

La défocalisation signifie que le point focal du faisceau d'électrons ne se situe pas exactement dans le plan de l'échantillon, mais légèrement au-dessus ou en dessous. Cela modifie le diamètre de la sonde, ce qui réduit la netteté de l'image. Toutefois, ces effets peuvent être exploités pour modifier le contraste en Z.

Dans les différents modes STEM :

ADF : seule l'intensité de diffusion des atomes intervient, alors il y a pas d'effet.

HR-STEM en HAADF : il y a une inversion de contraste en fonction de la défocalisation.

La meilleure résolution est obtenue lorsque la sonde présente un pic d'intensité maximale et un diamètre minimal.

## **STEM vs TEM**

Dans les deux techniques, un contraste de diffraction est observable. Comme le signal est intégré en STEM, on obtient un bon contraste avec une intensité élevée, tandis qu'en TEM, seuls les électrons diffractés dans une direction spécifique sont collectés, ce qui conduit à une intensité plus faible. Avec le détecteur HAADF, le contraste en Z permet une visualisation à l'échelle atomique, ce qui est aussi possible en HRTEM.

## **EDS (Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie) : STEM vs SEM**

En STEM, on observe des échantillons très minces, cela présente plusieurs avantages :

- Les facteurs de correction pour EDS sont largement négligeables, alors la quantification est plus simple.
- Le faisceau se disperse beaucoup moins dans l'échantillon.
- On obtient une meilleure résolution spatiale, notamment grâce à un volume d'interaction réduit et à un nombre moins important d'électrons diffusés.
- À haute énergie, toutes les raies caractéristiques peuvent être analysées en EDS.
- En STEM, la position du faisceau est contrôlée avec une grande précision.

## Cartographie élémentaire en STEM

La cartographie élémentaire consiste à reconstruire une image à partir du signal de l'EDS enregistré à chaque point du balayage. Le détecteur produit un spectre par pixel (datacube) pour une énergie donnée. Chaque spectre est ensuite traité afin d'attribuer, pour chaque pixel, une concentration et un élément. Cette quantification pour la reconstruction de la distribution spatiale des éléments chimiques et alors la visualisation correspond bien à la cartographie élémentaire.

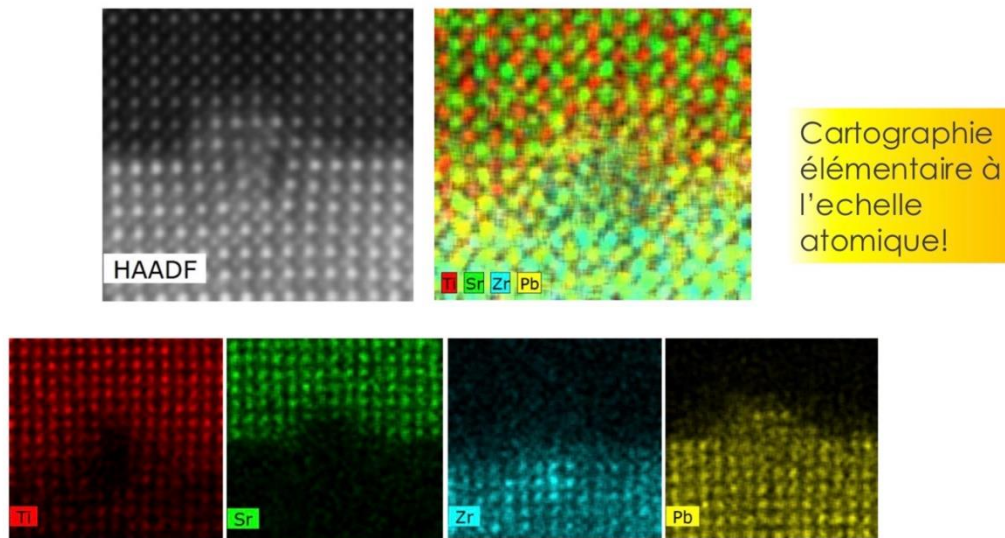


Figure 7 : Cartographie élémentaire

## Bilan – STEM vs. TEM/SEM

Avantages :

- La détection parallèle de différents signaux
- Le placement simple et précis du faisceau
- Le petit volume d'interaction: meilleure résolution spatiale
- La haute énergie
- Le contournement du contraste de diffraction
- La possibilité d'un contraste en Z
- Cartographie des éléments en 3D très précise
- Idéal pour microanalyse

Inconvénients :

- Le long temps d'acquisition (analyse point par point)
- La déformation de l'image (distortion) par les bobines de déflexion
- La procédure d'alignement complexe
- Le coût
- La possible dégradation de l'échantillon à cause de la haute énergie du faisceau
- Seulement pour les échantillons minces

## **Réponses au quiz**

Q1 : STEM vs TEM

Réponse : C,E

Q2 : STEM vs SEM

Réponse : A,E

Q3 : type de contraste en STEM

Réponse : A,D

Q4 : effet de la longueur caméra

Réponse : A