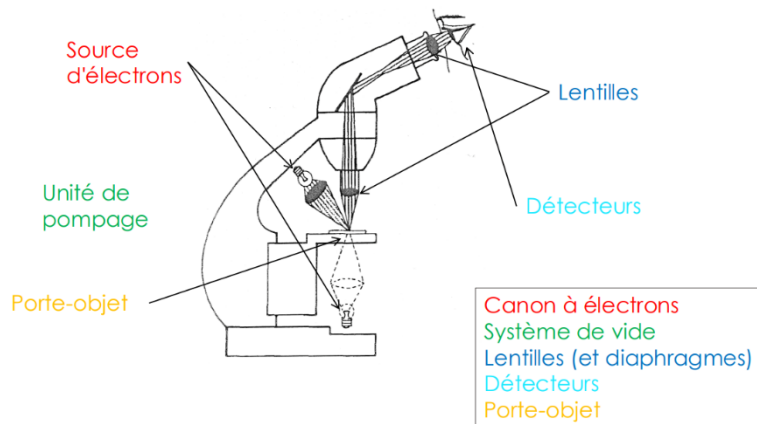
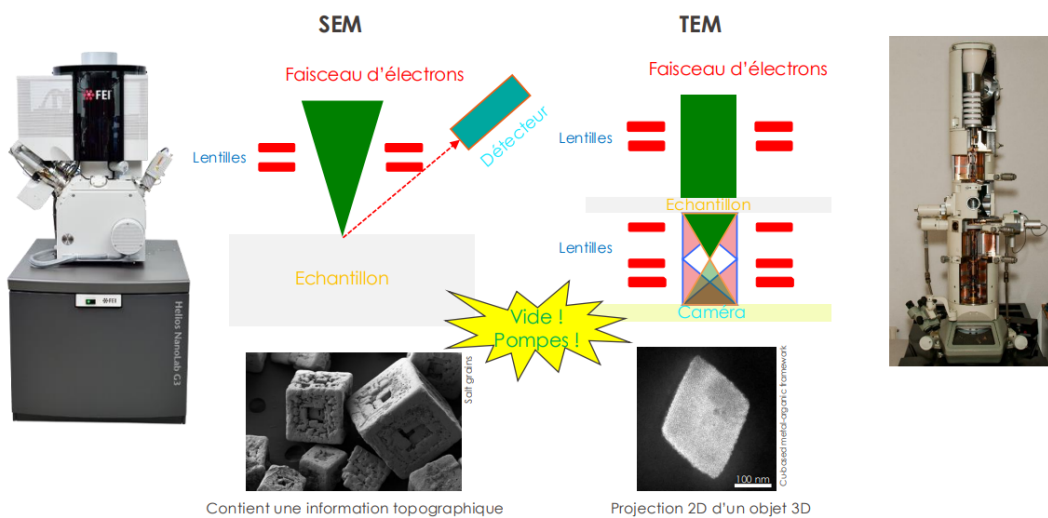


Chapitre 3 : les composants des microscopes électroniques



Les différents types de microscopes électroniques

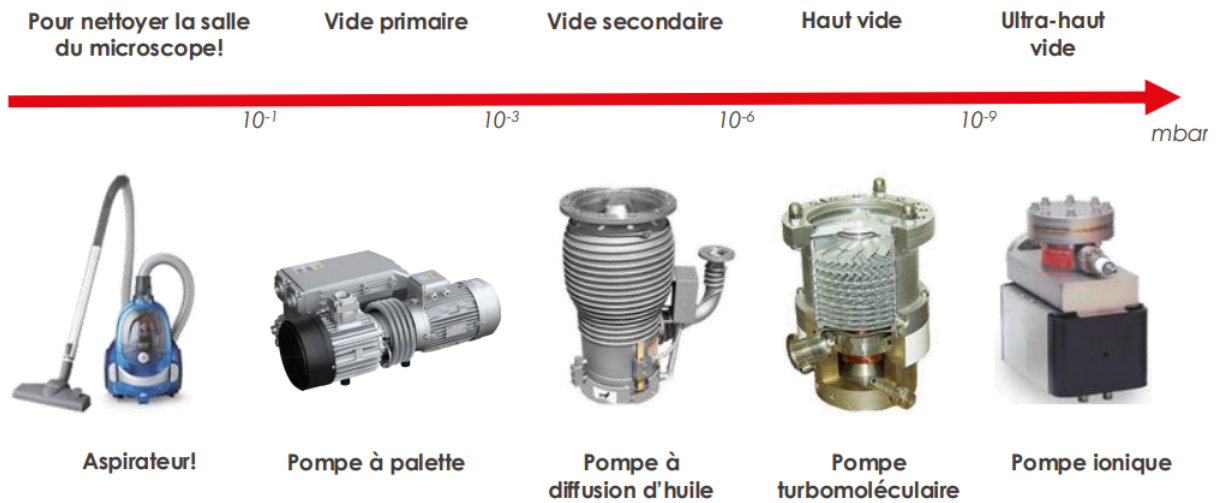
La microscopie à balayage (SEM = scanning electron microscope) permet d'obtenir des informations topographiques de l'échantillon tandis que la microscopie à transmission (TEM = transmission electron microscope) permet d'obtenir une projection 2D de la structure interne de l'échantillon.



Les électrons étant des particules chargées, l'échantillon observé doit être conducteur et connecté à la terre. Il est toutefois possible d'observer des échantillons non conducteurs avec un microscope environnemental (ESEM) ou en leur appliquant un revêtement conducteur.

Les pompes

La propagation des électrons nécessite un vide de qualité qui réduit la diffusion du faisceau, limite la contamination et protège la surface de l'échantillon. Comme les exigences varient selon les compartiments du microscope, différents types de pompes sont utilisés pour garantir un vide optimal.



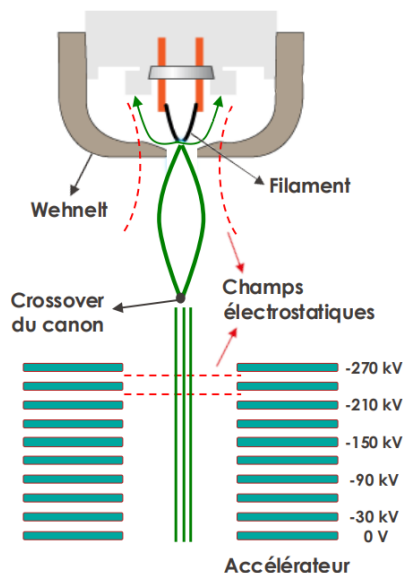
Une pompe à palettes permet d'obtenir un vide primaire ($>10^{-1}$ Pa). Un vide secondaire ($<10^{-4}$ Pa) peut être atteint avec une pompe à diffusion d'huile ou une pompe turbomoléculaire. Finalement, le haut vide et l'ultra-haut vide ($<10^{-6}$ Pa) requièrent une pompe ionique et/ou des pièges à azote liquide. Pour rappel : 1 atm = 105 Pa et 1 Pa = 0.01 mbar

Les canons à électrons

Le canon à électrons est la partie d'un microscope nécessitant le meilleur vide (10^{-9} à 10^{-12} mbar). Son but est de créer un faisceau d'électrons étroit et intense.

Il existe plusieurs types de canons utilisant la chaleur et/ou un champ électrique pour « libérer » les électrons à partir d'une pointe très fine :

Canons thermioniques	chaleur
Émission Schottky	chaleur + champ électrique
Régime Schottky étendu	chaleur + champ électrique + effet tunnel
Émission de champ thermique	chaleur + champ électrique + effet tunnel
Émission de champ froid	champ électrique + effet tunnel



Les paramètres importants d'un canon sont le courant émis, la dispersion en énergie (liée à la distribution de vitesse des électrons) et la brillance (courant par unité de surface et d'angle solide).

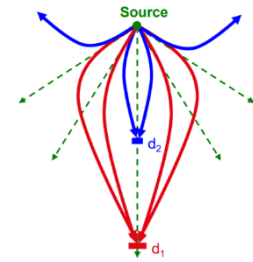
Le canon est composé du filament duquel sont extraits les électrons et du Wehnelt, un diaphragme chargé négativement produisant une petite surtension par rapport au filament. Son rôle est de focaliser les électrons en un crossover.

Les électrons sont ensuite accélérés par un champ électrique. Un biais sur le Wehnelt permet de mieux focaliser les électrons en ne laissant passer que ceux qui partent dans la bonne direction.

Un **biais léger** implique un **grand angle de collection**, un **grand crossover** et une **grande taille de sonde**.

Un **biais fort** focalise mieux et plus rapidement : **angle de collection plus fin**, **crossover plus petit** et **taille de sonde plus petite**. Cependant, il laisse passer moins d'électrons (courant plus faible).

Il existe un biais optimal afin de maximiser la brillance.



Cohérence, intensité et brillance

La cohérence spatiale indique si les électrons viennent tous de la même direction. Un faisceau d'électrons émis d'une plus petite source aura une plus grande cohérence spatiale.

La cohérence temporelle indique si les électrons ont tous la même énergie. Une grande cohérence temporelle est synonyme d'une faible dispersion.

L'intensité implique un gros flux d'électrons tandis que la brillance suppose un flux concentré.

Canons thermioniques

Les sources thermioniques typiques sont le filament de tungstène ou le cristal de LaB₆. Ce dernier étant plus pointu, il émet mieux les électrons et nécessite une température de chauffage plus basse (1900 K contre 2800 K pour le tungstène). Les pointes restent larges (10-100 µm) et permettent d'émettre beaucoup d'électrons partant dans différentes directions.

Canons à émission de champ

Pour les émissions par effet tunnel à froid, un monocristal de tungstène taillé en pointe très fine est utilisé. Le rayon de courbure de la pointe est de l'ordre de 100 nm.

Pour les émissions Schottky assistées thermiquement, une pointe en tungstène ou zirconium dont le rayon de courbure approche le micromètre est chauffée à 1700-1800 K.

Canons thermioniques	Canons à émission de champ
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Simple d'utilisation et bon marché ➤ Demande un niveau de vide modéré ➤ Faible brillance ➤ Forte dispersion en énergie (1.5 eV) ➤ Taille de source élevée (10-100 µm) ➤ Durée de vie limitée (100-1000 h) 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Brillance élevée ➤ Faible dispersion en énergie (<0,4 eV) ➤ Hautes cohérences (spatiale et temporelle) → meilleure résolution ➤ Durée de vie élevée (>1000 h) ➤ Cher ➤ Demande un haut niveau de vide

Les lentilles

Les lentilles optiques permettent de dévier la lumière. Dans le cas des électrons, ce sont des lentilles magnétiques ou électrostatiques qui sont utilisées. Ce sont uniquement des lentilles convergentes. La particularité de ces lentilles est qu'elles peuvent changer leur longueur focale en variant le champ magnétique. La longueur focale diminue quand le champ augmente.

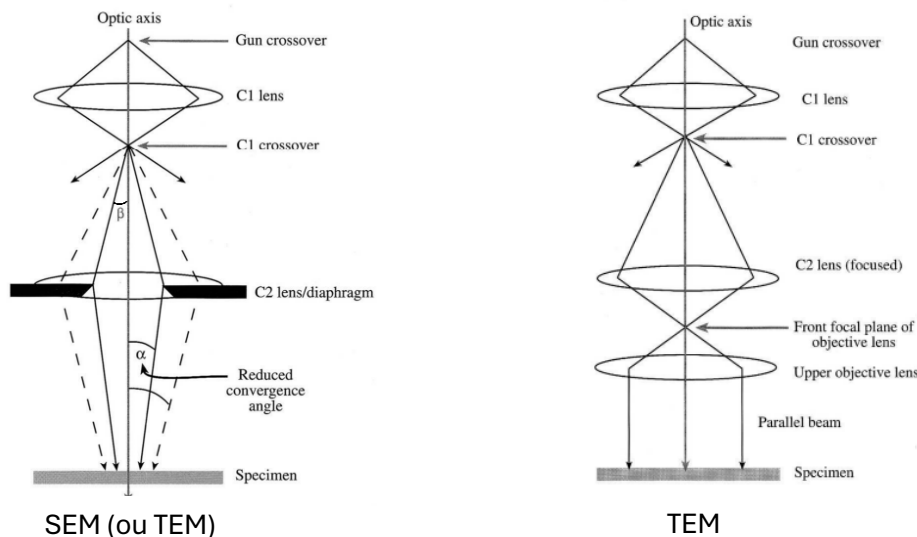
Les lentilles magnétiques utilisent la force de Lorentz afin de dévier les particules chargées :

$$\mathbf{F} = -e\mathbf{v} \times \mathbf{B}$$

La lentille condenseur définit la taille de la sonde et le courant. Un courant faible implique une sonde fine tandis qu'un courant élevé induit une sonde large. L'énergie joue aussi sur la taille de sonde (plus grande force de Lorentz = meilleure focalisation). La taille de sonde est importante car elle influence la résolution.

Un diaphragme permet de diminuer l'ouverture d'une lentille et ainsi de réduire son angle de collection β et son angle de convergence α . Ce faisant, il empêche certains électrons de passer et améliore ainsi la focalisation au détriment du courant.

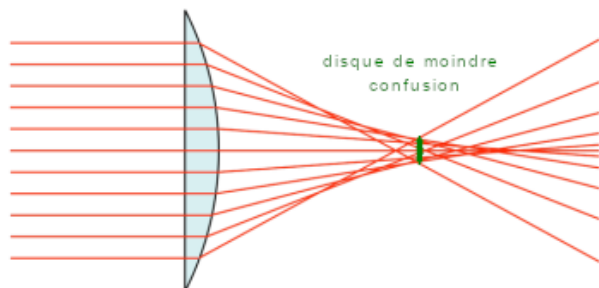
Une illumination convergente est nécessaire pour un SEM (et est parfois appliquée pour un TEM) tandis qu'une illumination parallèle est généralement utilisée pour un TEM.



Aberrations des lentilles

Une lentille idéale focalise un point source en un point sur le plan focal. Cependant, une lentille réelle focalise un point source en un disque sur le plan focal. C'est le disque de moindre confusion. Ce disque induit une sonde plus large et ainsi une moins bonne résolution. Les aberrations des lentilles réelles limitent donc la résolution.

Aberration sphérique



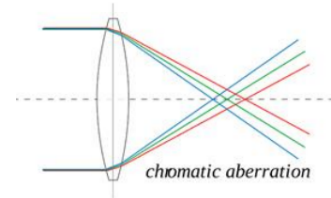
La longueur focale dépend de la distance à l'axe optique. Les rayons éloignés du centre de la lentille ont un point focal plus proche que les rayons proches de l'axe optique. Il en résulte de multiples points focaux et donc un disque de moindre confusion.

L'effet de l'aberration sphérique peut être minimisé à l'aide d'un diaphragme qui réduit la taille du disque de moindre confusion. Cependant, l'introduction d'un diaphragme mène à une perte de courant et un risque d'effet de diffraction. Il faut donc trouver un compromis.

Il est possible de corriger complètement l'aberration sphérique des lentilles magnétiques par une combinaison complexe d'octupôles et de quadripôles.

Aberration chromatique

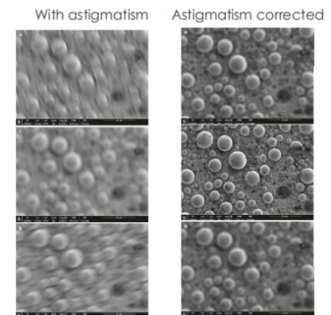
La longueur focale dépend de l'énergie du rayonnement. Les électrons à plus forte énergie sont focalisés plus fortement. Une dispersion en énergie résulte donc en un disque de moindre confusion.



Astigmatisme

La longueur focale dépend des axes de la lentille. Les rayons ne focalisent pas au même endroit selon le plan dans lequel ils se trouvent. L'image semble alors déformée et un disque de moindre confusion est formé.

Ce défaut est cependant simple à corriger avec un stigmatiseur.



Diffraction



La diffraction peut arriver lors de l'utilisation d'un diaphragme si la taille de l'ouverture est du même ordre de grandeur que la longueur d'onde.

L'effet de diffraction induit une perte de résolution mais peut être corrigé avec une ouverture plus grande par rapport à la longueur d'onde du rayonnement.

Lentilles modernes

Les lentilles modernes ont un canon qui travaille toujours à haute tension afin d'éviter la perte de brillance. Les électrons sont ensuite ralentis pour les amener à l'énergie souhaitée. Ceci permet ainsi de bonnes résolutions à basses énergies.

Les détecteurs

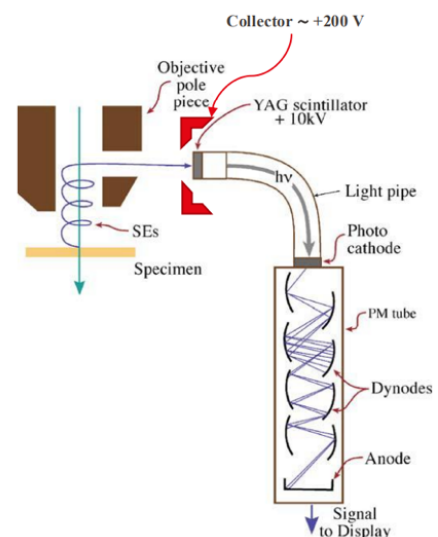
Différents types de signaux électroniques sont renvoyés par les échantillons et différents détecteurs permettent de capter ces signaux.

SEM

Un SEM est équipé d'un détecteur d'électrons secondaires appelé détecteur Everhart-Thornley et en général d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE) et d'un détecteur de rayons X.

Détecteur Everhart-Thornley

Ce détecteur est composé d'un scintillateur à l'intérieur d'un collecteur (cage de Faraday) et d'un photomultiplicateur relié au scintillateur. Le rôle du collecteur est d'aspirer les électrons secondaires (SE) avec une petite tension d'environ +200 V. Les électrons secondaires étant éjectés avec une très faible énergie (~ 10 eV), cette petite tension suffit à les attirer alors qu'elle n'a aucun effet sur les autres électrons de plus grande énergie. Le scintillateur accélère les électrons et les transforme en photons. Le signal visible est amplifié dans le photomultiplicateur et envoyé à l'écran pour reconstruire l'image.



Détecteur BSE

Ce détecteur est composé d'une diode annulaire en silicium avec une jonction p-n. La zone de type n de la diode comporte un excès d'électrons libres tandis que la zone de type p comporte un excès de trous (absences d'électrons qui se comportent comme des charges positives mobiles). Les électrons rétrodiffusés ayant une grande énergie (>500 eV), le choc avec la diode permet un transfert d'énergie suffisant pour éjecter un électron lié dans la bande de conduction, laissant un trou dans la bande de valence : une paire électron-trou est créée. Les électrons migrent alors vers la région n et les trous vers la région p. Ce déplacement génère un champ électrique mesurable et proportionnel au nombre d'électrons détectés. Certains détecteurs sont séparés en deux ou en quatre permettant ainsi de garder une information spatiale.

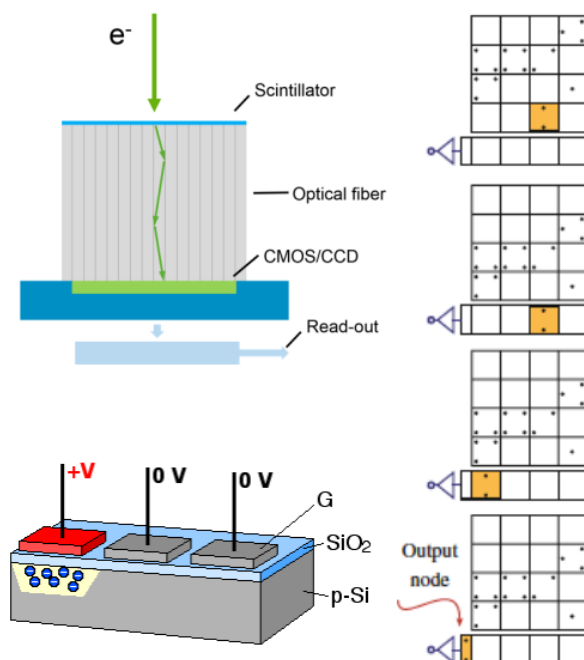
Le nombre d'électrons rétrodiffusés augmente avec le numéro atomique des atomes constituant l'échantillon. Les éléments lourds (numéro atomique élevé) apparaissent alors plus brillants que les éléments légers.

Détecteur BSE	Détecteur E-T
<ul style="list-style-type: none"> ➤ collection et amplification efficaces ➤ grand angle de collection ➤ bon marché et simple à fabriquer/changer ➤ peut permettre l'information spatiale ➤ lent (ne permet pas d'observer des phénomènes dynamiques rapides) 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ rapide ➤ rapport signal/bruit plus faible que pour le détecteur BSE ➤ permet des images avec une faible intensité ou avec un scan rapide ➤ moins robuste que le détecteur BSE (possibles dégâts d'irradiation si exposé au faisceau) ➤ cher

TEM

Un TEM peut comporter plusieurs détecteurs comme des écrans phosphorescents, des films négatifs, des imaging plates ou encore des caméras CCD, CMOS ou à détection directe des électrons.

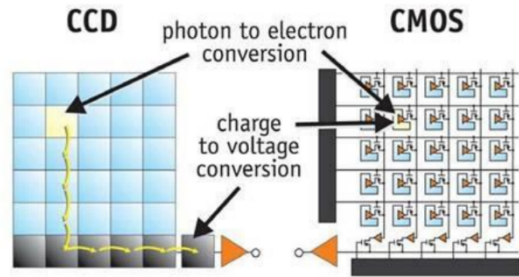
Caméra CCD



Les électrons détectés sont transformés en photons par un scintillateur puis sont amenés sur la CCD par des fibres optiques, cela permettant de garder l'information spatiale. Les capteurs semi-conducteurs sont disposés en matrices constituées de plusieurs millions de pixels isolés les uns des autres, de taille $\approx 10 \mu\text{m}$. Ils convertissent les photons en paires électrons-trous puis les charges transitent de photosite en photosite jusqu'à la sortie et sont finalement lues par un transistor. Ceci rend le processus de lecture lent mais le nombre d'électrons collectés est proportionnel au signal collecté (bonne gamme dynamique = précis dans la mesure de la densité d'électrons captés).

Caméra CMOS

Le principe de détection est le même que pour la caméra CCD. La différence est qu'avec la caméra CMOS, chaque pixel possède un amplificateur et la lecture du signal se fait directement pour chacun. Le processus est donc bien plus rapide mais la gamme dynamique est moyenne.



Caméra CCD	Caméra CMOS
<ul style="list-style-type: none"> ➤ bonne gamme dynamique ➤ haute sensibilité ➤ lent ➤ conversion électrons/lumière/électrons ➤ chère 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ rapide (permet d'observer des phénomènes dynamiques rapides) ➤ gamme dynamique moyenne ➤ moins sensible que la caméra CCD ➤ conversion électrons/lumière/électrons ➤ chère

Caméra à détection directe

Elle permet de détecter directement les électrons sans passer par la conversion en photons. Cela permet d'éviter les potentielles dégradations du signal suite au passage par le scintillateur et les fibres optiques.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ détection directe d'électrons isolés ➤ extrêmement sensible (capte un signal même s'il est très faible) ➤ très rapide 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ gamme dynamique faible ➤ sensible aux trop fortes intensités (dégâts d'irradiation) ➤ très très chère

STEM

Un STEM dispose quant à lui de détecteurs disques ou annulaires à semiconducteur et/ou de détecteurs pixélisés.

Porte-échantillons

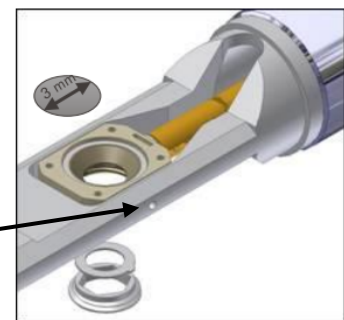
Pour les SEM, le porte-échantillon est simplement une plaque pouvant bouger.

Il existe cependant plusieurs porte-échantillons différents pour les TEM. Les plus classiques sont le simple tilt et le double tilt dont les bras peuvent pivoter. L'emplacement dans lequel est posé l'échantillon peut également tourner pour le double tilt, permettant ainsi d'observer l'échantillon sous tous ses angles.



Double tilt

Simple tilt



Specimen should be electron transparent: several nanometers thick

Des versions spécialisées permettent des observations in situ, les porte-échantillons pouvant appliquer plusieurs stimuli différents (gaz, liquide, température, champs, contraintes mécaniques, ...). Cela permet de suivre des phénomènes dynamiques en temps réel.