

Résumé Microscopie : Composants

Semaine 2

Deux types de microscopes :

- SEM (Scanning Electron Microscope): imagerie par balayage
- TEM (Transmission Electron Microscope): imagerie par transmission à travers l'échantillon

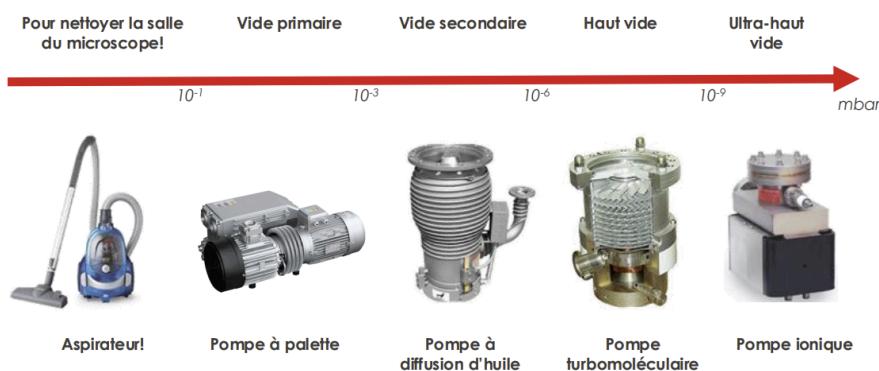
Un microscope a 5 composants majeurs :

1. Canon à électrons
2. Système de vide
3. Lentilles (et diaphragme)
4. DéTECTEURS
5. Porte-objet

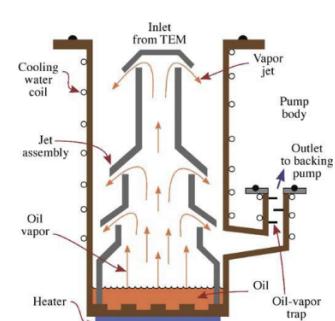
Système de vide

Pour utiliser un microscope électronique, un échantillon conducteur est mis à la terre qui est essentiel pour éviter les décharges électrostatiques. L'observation doit se faire en milieu incontaminé pour éviter toute contamination. L'interaction des électrons avec la matière peut endommager l'échantillon, d'où la nécessité d'un haut vide. Ce dernier réduit la diffusion du faisceau et permet la propagation des électrons, un aspect crucial pour obtenir une bonne qualité d'image.

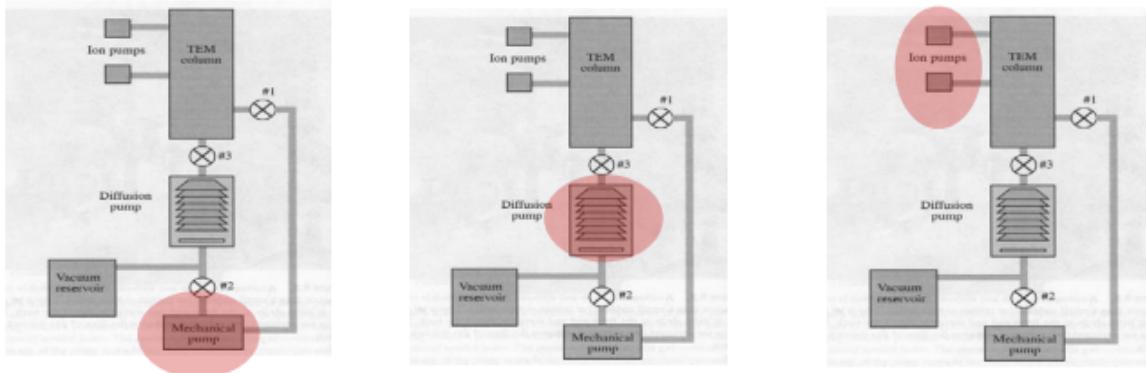
Rappel: $1 \text{ atm} = 10^5 \text{ Pa}$; $1 \text{ Pa} = 0.01 \text{ mbar}$



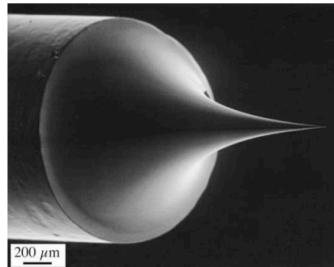
- **Pompe à palette** : mécanique, bruyante, s'utilise à l'arrière des autres pompes.
- **Pompe à diffusion d'huile** : pompe à l'huile, ne vibre pas, haute capacité de pompage, possible contamination par les vapeurs d'huile, refroidissement nécessaire, les gaz sont éliminés par une pompe primaire.



- **Pompe turbomoléculaire** : capacité de pompage 50-500 L/s, peut produire un vide primaire dans la chambre du goniomètre dans un TEM, à haute vitesse : ultra-haut vide.
- **Pompe ionique** : Production d'électrons par ionisation des particules de gaz résiduel, sans huile, sans vibration



Canon à électrons



Pointe en W



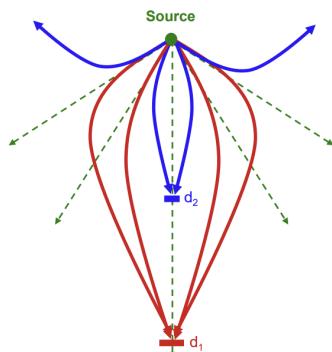
Cathode LaB₆

Comme une source de lumière dans un microscope optique, le canon à électron va expulser des électrons et former un faisceau, qui permet de récolter des informations de l'échantillon, et l'analyser. Les électrons sont expulsés d'une pointe ou un filament en Tungstène (W) ou en hexaborure de lanthane (LaB_6).

Les paramètres importants d'un canon sont :

- le **courant émis**,
- la **dispersion d'énergie**,
- la **brillance**

Le biais est une différence de tension appliquée entre la cathode (filament générateur d'électrons) et l'anode (juste avant l'entrée dans la colonne du microscope électronique). Cette surtension a pour effet d'accélérer les électrons émis et de filtrer ceux qui n'ont pas assez d'énergie ou qui ne partent pas dans la bonne direction, les empêchant ainsi d'entrer dans la colonne du microscope.



Biais léger (en rouge) :

- Grand angle de collection
- Grand cross-over
- Grande taille de sonde (d_1)

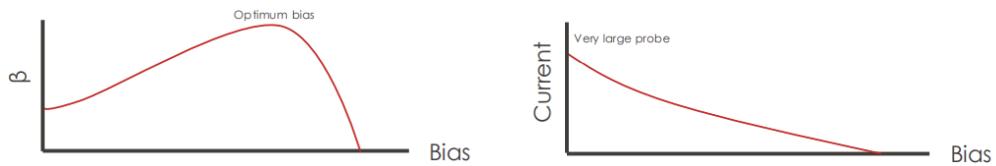
Biais fort (en bleu) :

- Angle de collection plus fin
- Cross-over plus petit
- Taille de sonde plus petite (d_2)

La brillance est ainsi définie:

$$\beta = \frac{\text{beam current}}{(\text{Area})(\text{Solide angle})}$$

→ Proportion inversement linéaire entre courant, biais et un optimum de brillance relatif au biais :



Les types de canon principaux sont les thermioniques et les canons à émission de champ. Un canon à émission de champ (FEG) fonctionne par effet tunnel à froid, et dans le cas d'une émission Schottky, avec chaleur, tandis qu'un canon thermionique n'utilise que la chaleur.

EPFL Sources d'électrons: canons

Thermionique

- Beaucoup d'électrons provenant d'une pointe large (10-100 µm)
- Différentes énergies
- Différentes directions
- Simple d'utilisation
- Bon marché
- Vide modéré
- Courant de faisceau élevé
- Faible brillance
- Grande dispersion d'énergie
- Taille de source élevée (10-100 µm)
- Durée de vie limitée (100-1000h)

Emission de champ (FEG)

- Electrons provenant d'une très fine pointe (~100 nm)
- Même énergie
- Même direction
- Grande cohérence (spatiale et temporelle) -> meilleure résolution
- Brillance élevée
- Durée de vie plus élevée (>1000h)
- Coûteux
- Vide poussé nécessaire
- Emission froide nécessite un flash après 8h

EPFL Sources d'électrons: canons

	W	LoB6	FEG Schottky (ZrO/W)	FEG cold (W)
Crossover size (nm)	>10 ⁵	10 ⁴	10-100	3
Emission current (µA)	100	20	100	20-100
Current density (A/m ²)	5	10 ²	10 ⁵	10 ⁶
Brightness B (A/m ³ s)	5x10 ⁹	5x10 ¹⁰	5x10 ¹²	10 ¹³
Energy spread ΔE (eV)	2.3	1.5	0.6-0.8	0.3-0.7
Current stability (%/hr)	<1	<1	<1	5
Vacuum pressure (Pa)*	10 ⁻³	10 ⁻⁵	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
Temperature (K)	2800	1800	1800	300

Intensité / Courant : nombre d'électrons par seconde.

Brillance : courant par unité de surface et d'angle solide.

Cohérence spatiale : direction unique de l'origine des électrons ; plus petite source d'électrons → bonne cohérence spatiale.

Cohérence temporelle : énergie identique à tous les électrons ; un faisceau d'électrons avec une même énergie correspond à une bonne cohérence temporelle.

Lentilles

A la sortie du canon, les électrons sont guidés et constituent la sonde à travers une lentille à électrons.

Celle-ci a un point objet, un point focal et un point image, mais à la différence d'une lentille optique qui guide la lumière, elle ne fonctionne pas par changement de l'indice de réfraction.

Les microscopes électroniques utilisent des lentilles magnétiques ou électrostatiques pour guider les électrons au point focal. Pour que l'image soit claire, le point focal de la dernière lentille condenseur se situe sur l'échantillon. Ces lentilles sont toujours convergentes.

La lentille magnétique utilise la force de Lorentz, par émission d'un champ magnétique d'une bobine chargée. Les électrons en dehors de l'axe optique subissent une force non-nulle, qui les repousse au centre et les focalise. A ce moment, les électrons ont une trajectoire en spirale.

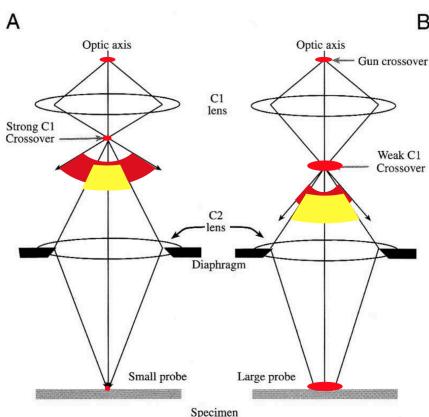
$$F = qv \times B$$

La longueur focale peut être ajustée en contrôlant le champ B , soit par le courant qui traverse la bobine. Ainsi, quand B augmente, la focalisation est rapide et la longueur focale diminue.

L'intensité du courant du faisceau d'électrons détermine donc le crossover et la taille de la sonde. On a donc,

Courant faible → sonde fine

Courant élevé → sonde large



En utilisant un diaphragme, il est possible d'obtenir une sonde fine malgré une grande intensité du courant initial :

Un *fort crossover* au point focal (donc une distance focale courte) créé une bande d'électrons large, de laquelle une grande proportion est stoppée par le diaphragme, diminuant l'intensité du faisceau et l'angle de convergence α .

A l'inverse, un *crossover faible* permet à une grande proportion d'électrons de passer, donc une grande énergie du faisceau et une sonde plus large.

Une lentille idéale focalise l'image en un point unique sur le plan focal. Mais l'image produite par une lentille réelle est focalisée sur un disque de moindre confusion, variant selon l'aberration. Les aberrations sont des défauts de la lentille qui limitent la résolution de l'image. La correction des aberrations induit des limitations sur la lentille, il s'agit donc de trouver le meilleur compromis. Pour une résolution optimale, on veut une taille de sonde minimale.

- **Aberration sphérique** : les rayons à l'extrémité de la lentille se focalisent plus près sur le plan focal que les rayons proches de l'axe optique. Il en résulte un disque sur le plan focal composé de plusieurs points. L'aberration peut être corrigée avec des diaphragmes ou un système de lentilles.
→ sonde plus large, moins bonne résolution

- **Aberration chromatique** : les électrons à plus forte énergie se focalisent plus fortement (plus petite distance focale).
 - image résultante dispersée le long de l'axe optique
- **Astigmatisme** : la distance focale dépend des axes de la lentille. L'astigmatisme pour une lentille magnétique peut être corrigé par deux quadripôles à 45°, qui permettent de compenser la force nécessaire dans une direction.
 - image étirée dans une direction et reste floue lorsqu'elle est focalisée.
- **Effet de diffraction** : une onde cohérente sur une ouverture circulaire de même ordre de grandeur que la longueur d'onde fait apparaître une figure de diffraction (tâche d'Airy). Le maximum d'intensité de la tâche est en son centre et empêche la clarté de l'image. Agrandir la taille de l'ouverture permet de limiter l'effet de diffraction, mais ceci favorise l'aberration sphérique.

La taille du disque de moindre confusion se calcule, selon le type d'aberration, comme suit.

aberration sphérique	aberration chromatique	astigmatisme	effet de diffraction
$d_s = 1/2 C_s \alpha^3$	$d_c = C_c \alpha (\Delta E/E + 2\Delta i/i)$	$d_A = \Delta f_A \alpha$	$d_d = 0.61 \lambda/\alpha \approx 1/\alpha$

C : coefficient d'aberration

α : angle d'ouverture du faisceau

i : courant

E : énergie des électrons

Δf_A : défocalisation

Pour des lentilles modernes, le canon travaille toujours à tension élevée, pour éviter toute perte de brillance due à la baisse de tension. De plus, les électrons sont ralentis en sortie de colonne de sorte à ce que leur énergie corresponde à la valeur souhaitée. Ces paramètres permettent une bonne résolution à basse énergie.

Détecteurs

Grâce à la lentille, les électrons arrivent sur l'échantillon pour l'exciter, et il faut à présent détecter les signaux électriques pour les analyser. Il existe pour ceci différents détecteurs permettant de récolter des types différents de signaux électriques. Ainsi, un détecteur est choisi en fonction du type d'information recherchée et du type de signal émis (pas forcément du type de microscope).

1. Microscopes SEM : détection par balayage
- **Détecteur Everhart-Thornley (ET)** : une cage de Faraday collecte les électrons secondaires, attirés par une charge positive faible (200 V), sans dévier les électrons de forte énergie. Un scintillateur à haut potentiel (10 kV) dans la cage de Faraday accélère alors les électrons récoltés, et émet de la lumière visible lorsqu'il est touché par les électrons. Finalement un photomultiplicateur (PM), relié au scintillateur, amplifie le signal visible et l'envoie à

l'ordinateur qui reconstruit l'image sur l'écran, point par point. Ainsi le signal visible est transformé en signal électrique, et il permet de déduire l'intensité des électrons secondaires récoltés à un niveau du faisceau.

rapide, bruits faibles, images obtenues facilement avec intensité faible / scan rapide
peu robuste - risque des dégâts d'irradiation en cas d'exposition au faisceau, coûteux

- **Détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE)** : une diode, soit un semi-conducteur (i.e. Si) en anneau est placé sous la lentille avec une jonction p-n qui va collecter les électrons. Le nombre de paires électron-trou génère un courant proportionnel au nombre d'électrons rétrodiffusés détectés. S'il est séparé en 2 ou en 4, le détecteur permet d'obtenir une information spatiale.
collection et amplification efficace, grand angle de collection, bon marché, facile à fabriquer, information spatiale possible
lent - ne permet pas de suivre des phénomènes dynamiques rapides

2. Microscopes TEM : détection par transmission à travers l'échantillon

- **Caméra CCD** (charge-couple device) : les électrons sont transformés en photons par un scintillateur, puis amenés sur la CCD par des fibres optiques. La CCD dispose de matrices (millions de pixels) de capteurs semi-conducteurs, qui transforment les photons en paires électron-trou, dont le nombre collecté est proportionnel au signal. Les charges sont transformées de photosite en photosite et finalement lues par un transistor.
bonne gamme dynamique, haute sensibilité
processus de lecture lent,
 - **Caméra CMOS** (Complementary metal-oxide-semiconductor) : le processus est identique à celui de la CCD jusqu'à la lecture du signal, qui se fait directement pour chaque pixel, ensuite amplifié.
processus de lecture rapide,
mauvaise gamme dynamique, moyenne sensibilité
 - **Caméra à détection directe des électrons** :
détection directe des électrons isolés, très rapide, extrêmement sensible
mauvaise gamme dynamique, sensible aux fortes intensités (irradiation), très coûteux
- + écrans phosphorescents, films négatifs, imaging plates.

3. Microscopes STEM :

- détecteur disque / annulaire à semiconducteur
- détecteur pixellisé