

Résumé Microscopie Semaine 12

HRTEM

La microscopie électronique à transmission haute résolution (HRTEM) est une technique d'imagerie puissante utilisée pour analyser les structures cristallines, les défauts et les arrangements atomiques à une résolution atomique. Contrairement à la microscopie électronique en transmission classique, la HRTEM utilise l'interférence entre les faisceaux transmis et diffractés pour produire des images sensibles aux variations à l'échelle atomique et produire un contraste sensible à la structure de l'échantillon. La résolution de la HRTEM est fondamentalement limitée par des facteurs tels que l'aberration sphérique (C_s) et la défocalisation (Δz), mais les progrès tels que les microscopes à correction d'aberration ont repoussé ses capacités au-delà des limites précédentes.

1. Abbe's Principle and Image Formation

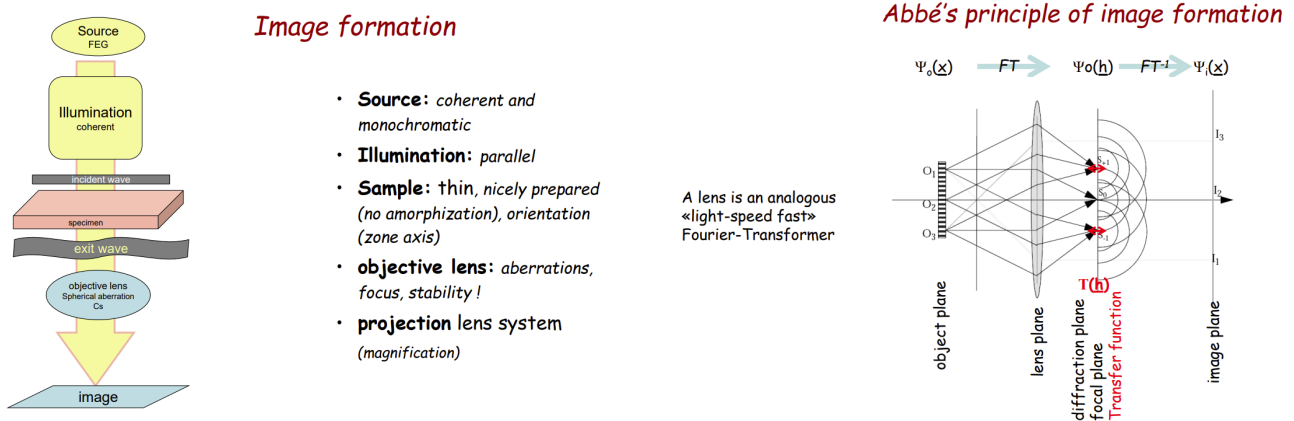


Figure 1: Image formation and Abbe's principle

En HRTEM, le principe de formation d'image est basé dans l'optique ondulatoire, où la diffraction et l'interférence définissent la résolution. Le principe d'Abbe montre la transformation de la fonction d'onde initiale à travers la lentille. L'onde sortant de l'échantillon entre dans la lentille d'objectif, qui agit comme un transformateur de Fourier. Cela convertit les informations spatiales de l'échantillon en composantes de fréquence au niveau du plan de diffraction. La formation d'image est faite par la transformée de Fourier (FT) et l'inverse (IFT). En appliquant la transformée de Fourier inverse, le système optique reconstruit l'image de l'espace réel à partir du diffraction. Le système exprime la fonction d'onde sortante via la fonction de transfert $T(h)$, qui inclut les contributions de l'aberration sphérique (C_s) et de la défocalisation (Δz).

2. Transfer function $T(h)$

La fonction de transfert décrit comment le système optique transforme les fonctions ondes d'objet en fonctions d'ondes d'image, en tenant les termes d'aberration sphérique (C_s) et de défocalisation (Δz), de cohérence spatiale et temporelle. $T(h) = a(h) \exp[2\pi i \chi(h)] E_s(h) E_t(h)$.

2.1 Facteurs de phase: $\chi(h) = 0.25 C_s \lambda^3 h^4 + 0.5 \Delta z \lambda h^2$, le premier terme contribue à l'aberration sphérique et le second à la défocalisation.

2.2 CTF (Contrast transfer function): décrit mathématiquement comment les aberrations dans un microscope électronique à transmission (MET) modifient l'image d'un échantillon, visualise l'intensité de la fonction de transfert. $CTF(h) = -\sin[\frac{\pi}{2}C_s\lambda^3h^4 + \pi\Delta z\lambda h^2]$, et la seule variable ici est la défocalisation Δz .

L'image optimisée nécessite une défocalisation appropriée pour aligner la composante sinusoïdale du CTF, $\sin[2\pi\chi(h)] = -1$, où toutes les fonctions d'onde diffractées vont permettre de reconstruire le potentiel projeté qu'on veut.

De plus, pour une meilleure image, nous voulons trouver la résolution Scherzer $D_{Scherzer} = -0.66\lambda^{3/4}C_s^{1/4}$. Cela permet d'obtenir un contraste optimal avec une large bande passante dans le CTF, minimisant ainsi les effets d'aberration sphérique. Le premier passage par zéro du CTF détermine la résolution point à point.

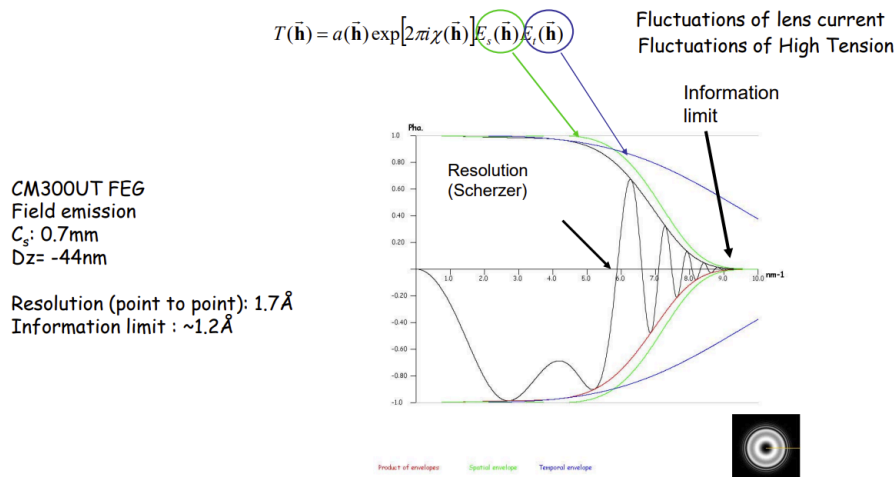
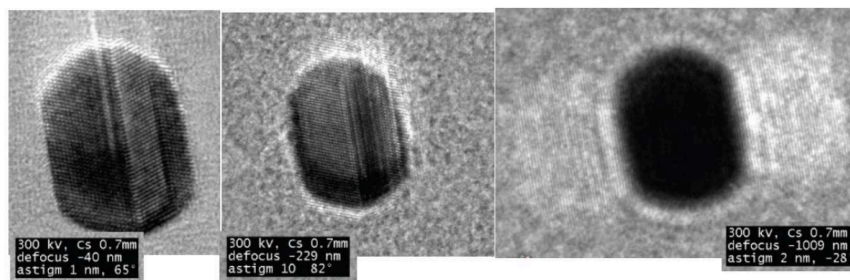


Figure 2: CTF graph, defocus and coherence

La défocalisation permet d'ajuster la fonction d'onde pour compenser l'aberration, mais l'introduction d'une défocalisation excessive peut conduire à une délocalisation, où les caractéristiques atomiques sont floues ou déplacées et des images fantômes apparaissent.



Au nanoparticle on amorphous carbon. Various defocalisation

Figure 3: Delocalisation avec augmentation de defocalisation

2.3 Cohérence spatiale et temporelle

À un angle de diffraction élevé, les enveloppes de cohérence décroissent de manière exponentielle, ce qui amène la fonction de transfert $T(h)$ à se rapprocher de zéro. Cela limite la capacité du microscope à résoudre les détails structuraux fins.

- **Cohérence spatiale ($E_s(h)$):** fluctuation de courant dans la lentille

- Cohérence temporelle ($E_t(h)$): fluctuation de l'énergie (high tension)

Vers la limite droite, la CTF est complètement supprimée par l'instabilité du courant dans la lentille. Les électrons diffractés à plus grand angle vont perdre la cohérence, et donc seulement les électrons qui sont diffractés jusqu'à cette limite peuvent contribuer dans la création de l'image.

3. Images de HRTEM, variation de contraste

La variation de contraste dépend de la défocalisation et de l'épaisseur de l'échantillon. Cependant, il est presque impossible de remonter et retrouver le potentiel projeté à partir de l'image et en le comparant avec le tableau de l'épaisseur et défocalisation, parce que le même contraste peut être trouvé pour différencier l'épaisseur et défocalisation. Il faut une série de focalisations avec conditions d'images bien définies (plus que 50 images), pour reconstruire de manière itérative la fonction d'onde correspondant.

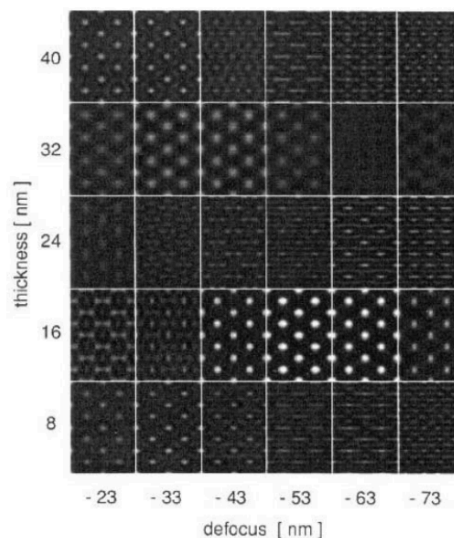


Figure 4: Tableau de défocalisation et de l'épaisseur

4. Pour obtenir une meilleur image

4.1 Fast Fourier Transform (FFT)

L'analyse FFT révèle des informations spatiales et l'effet de la fonction de transfert. Utilisation de la transformée de FFT permet d'interpréter les informations spatiales et détecter et corriger l'astigmatisme.

4.2 Cs-corrector

Les microscopes modernes à correction d'aberration sphérique, tels que ceux équipés de correcteurs Cs, surmontent les limitations traditionnelles. Les correcteurs Cs suppriment les effets de délocalisation aux limites, ce qui permet une image plus claire des interfaces (sharp interface) et des positions atomiques.

EBSD

Présentation

EBSD = Electron BackScatter Diffraction = diffraction par rétrodiffusion d'électrons

Elle permet la caractérisation quantitative et générale de la microstructure, au MEB, basée sur les effets de diffraction.

Elle est utilisée pour les matériaux cristallins, les métaux, les céramiques, les minéraux.

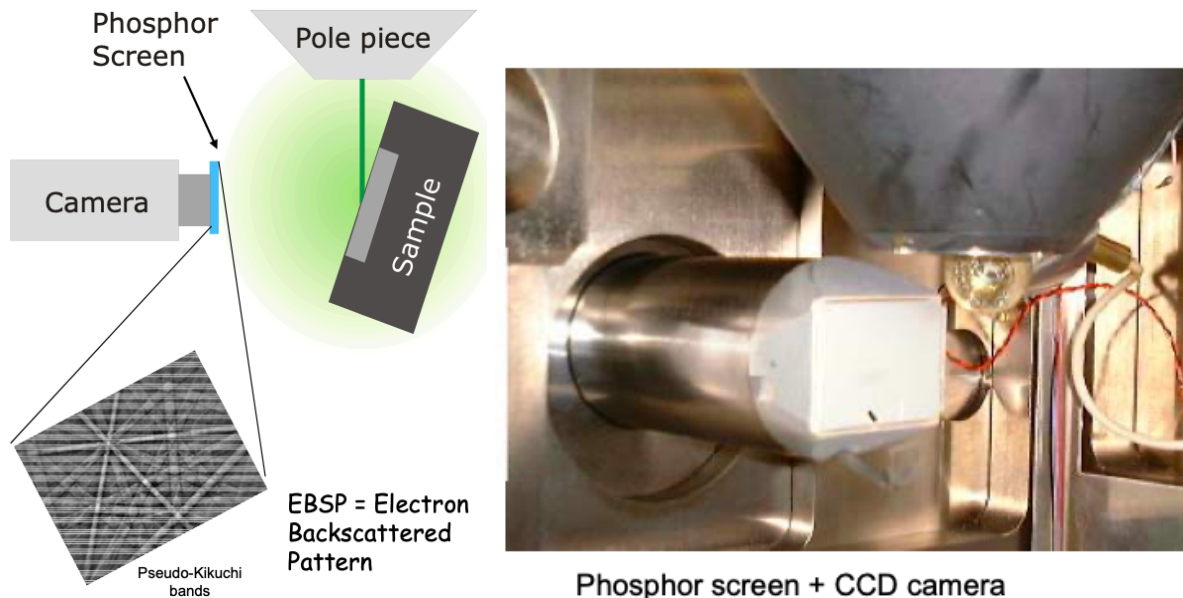


Figure 5: Vue d'ensemble du dispositif nécessaire à l'EBSD

Préparation d'échantillons

Requis :

Le volume de rétrodiffusion sous la surface de l'échantillon doit être cristallin et sans trop de déformation plastique.

Méthode de préparation :

Polissage de qualité miroir (-> 0.25 micromètres de qualité diamant), surface clivée, surface de croissance, matériau isolant

Principe de l'EBSD

L'EBSD comprend en 2 principales étapes :

1) Les électrons du faisceau incident se propagent dans toutes les directions sous la surface en raison des interactions élastiques (électrons rétrodiffusés). Le volume d'émission correspond à une petite source divergente d'électrons, sous la surface.

2) Ces électrons rétrodiffusés sont ensuite diffractés par les plans cristallins selon la condition de Bragg et créent 2 cônes de diffraction.

Condition de Bragg : $2 d_{hkl} \sin(\theta) = n \lambda$

La projection gnomonique sur l'écran crée 2 hyperboles qui correspondent aux bandes de Kikuchi.

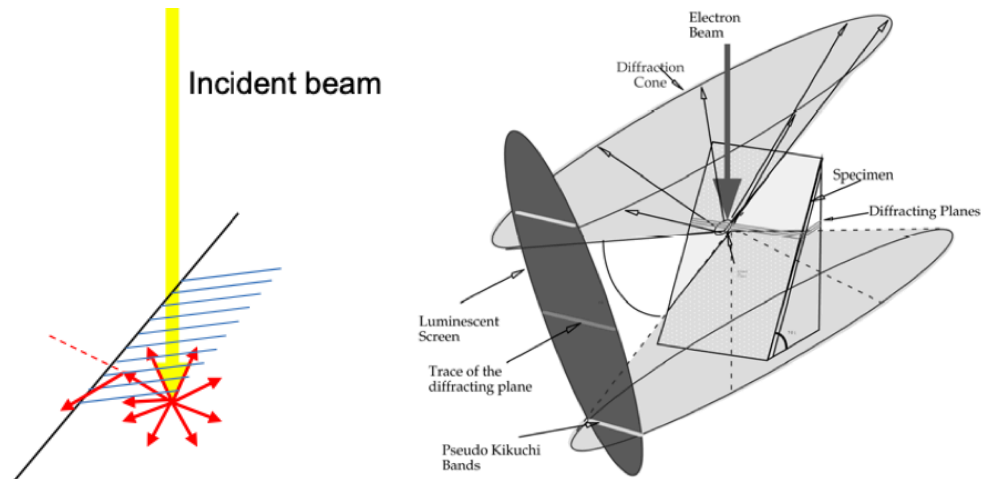


Figure 6: Illustration des deux étapes de l'EBSD

NB : En TEM, les échantillons fins subissent une diffusion inélastique suivie d'une diffusion élastique (=diffraction).

Indexation de l'image obtenue par EBSD

EBSP = Electron BackScattered Pattern = figure d'électrons rétrodiffusés

Bandes de Kikuchi : plans de diffraction, chaque bande correspond à la diffraction d'une famille de plans

Intersections des bandes : intersections des plans, axes de zone cristalline

Milieu d'une bande : trace du plan de diffraction

Angles entre les bandes : angles entre les plans

Disposition géométrique/position des bandes : directement liée à l'orientation et la symétrie du cristal

Intensités relatives (effets dynamiques) : liées aux facteurs de structure

Transformée de Hough

Dans l'EBSP, l'ordinateur ne parvient pas à distinguer les niveaux de gris. L'ordinateur détecte plus facilement les tâches claires et sombres en haut et en bas, grâce à la transformée de Hough. Celle-ci convertit les lignes en points dans l'espace de Hough.

Indexing Cycle

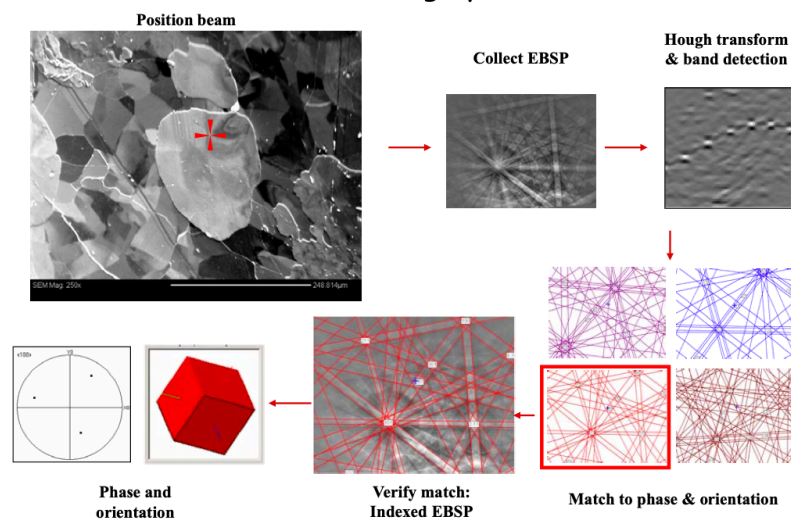


Figure 7: Résumé du cycle d'indexation

Influence de certains paramètres

L'efficacité de l'écran phosphorescent diminue à des tensions réduites. Lorsque la tension augmente (λ dans la condition de Bragg), la largeur des bandes diminue (θ dans la condition de Bragg).

L'influence de l'orientation peut également être observée.

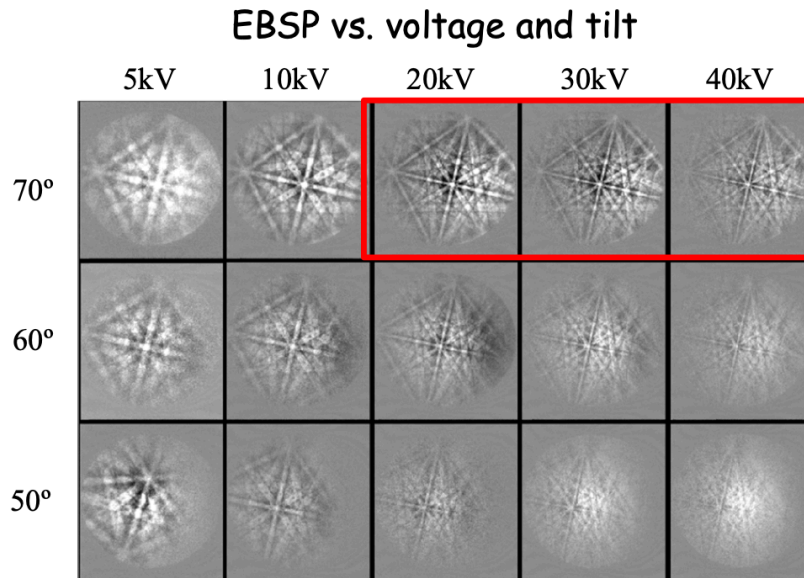


Figure 8: Influence de la tension et de l'orientation sur l'EBSP

Précision

- Précision angulaire = 0.1-1° en relatif
environ = 2° en absolu

Limitée par :

- Précision sur la localisation des bandes de Kikuchi (Hough, ...)
- Faible rapport signal/bruit des images, et flou des bandes de Kikuchi
- Fluctuations géométriques des conditions de diffraction, et étalonnage
- Précision absolue : position de l'échantillon dans la chambre

- Précision spatiale = 20 nm-1 micromètre

Limitée par :

Chevauchement des figures de diffraction à proximité d'une frontière

Dépend :

- Du volume d'interaction (Energie et Z)
- De la taille du « spot » du faisceau (courant de sonde, focus, astigmatisme)

Pour améliorer la résolution :

FEG SEM : davantage de luminosité, faisceau stable et reproductible

Applications

Comme l'EBSP obtenu dépend beaucoup de la structure (symétrie) et de l'orientation du cristal, l'EBSD va permettre :

- **En micro cristallographie**
 - De déterminer les symétries des axes de zone
 - D'identifier le groupe de point du cristal
- **D'effectuer des mesures d'orientation (principale application)**

- **D'identifier/de discriminer les phases**

- Analyse chimique (EDS, WRS)
- Mesure grossière des paramètres du réseau
- Analyse de la symétrie

Exemples

L'EBSID permet d'obtenir des cartes d'orientation et des figures de pôles (analyse de l'orientation), d'analyser la taille des grains, d'identifier les phases, d'analyser la déformation.

Dans une image d'orientation, l'échelle est colorée en considérant la désorientation entre les points et la direction $\langle 001 \rangle$ orientée le long de la direction normale (c'est à dire Z).

La figure de pôles est une projection stéréographique.

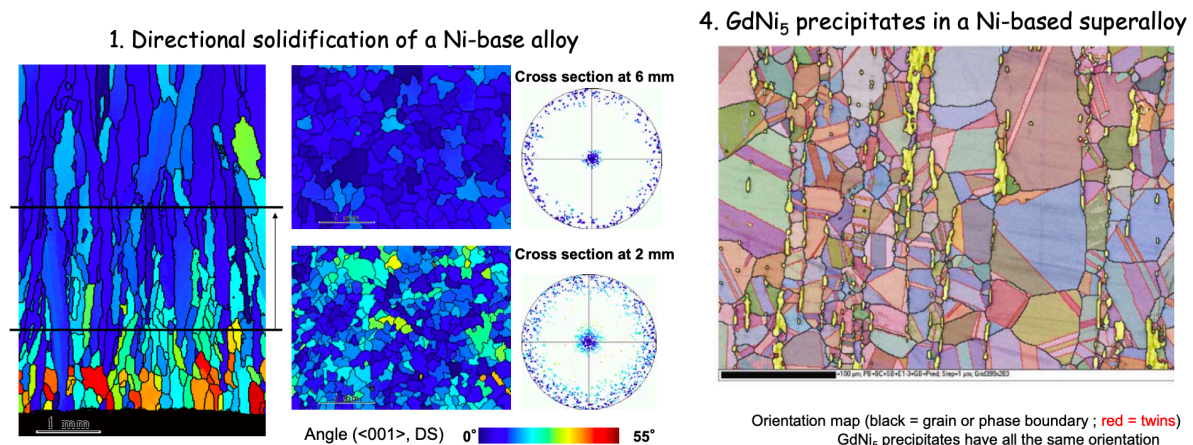
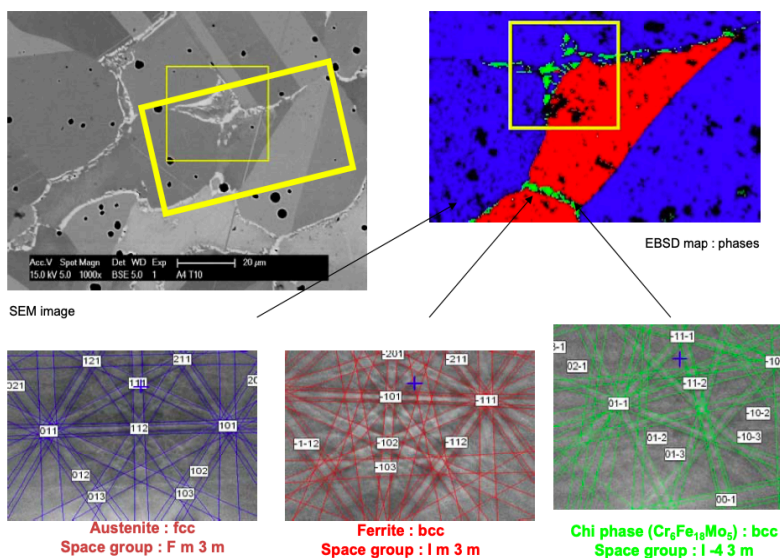


Figure 9: Cartes d'orientation et figures de pôles

L'identification de phases est effectuée en déterminant préalablement la liste de phases possibles par EDS, XRD

2. Identification of chi phase in a duplex steel



3. GdNi₅ precipitates in a Ni-based superalloy

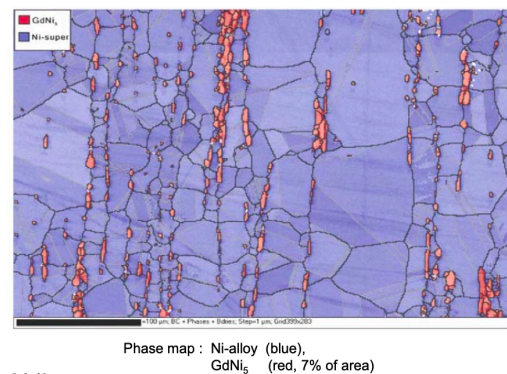


Figure 10: Identification de phase et carte de phase