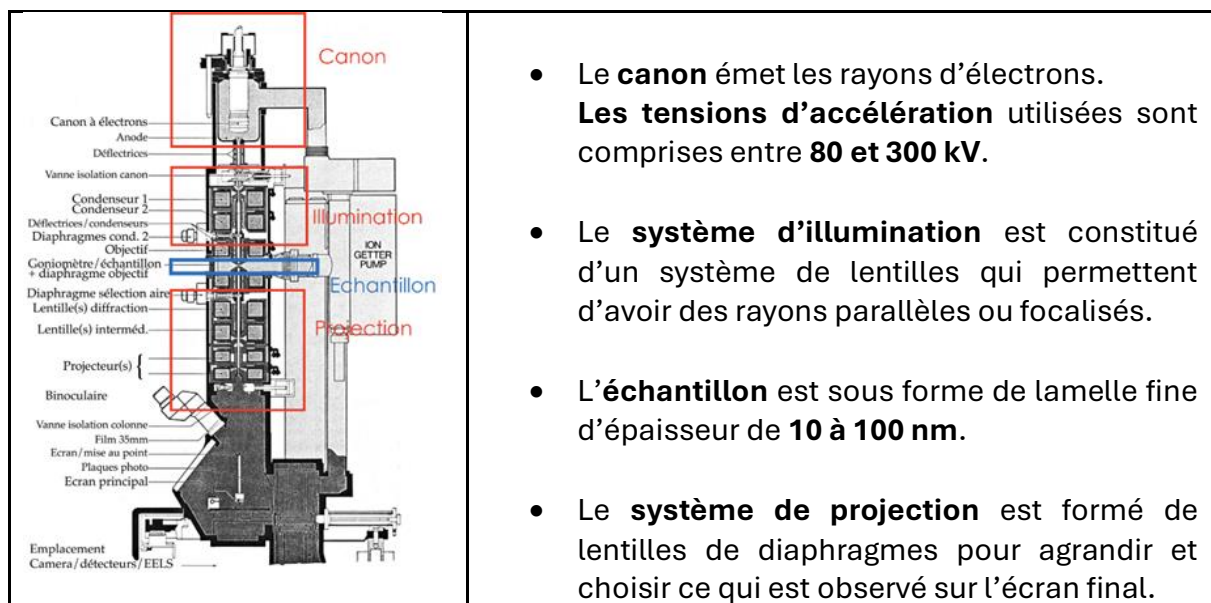


RESUME MICROSCOPIE : TEM

1/ Principe du TEM (microscopie électronique à transmission)

Principe général du TEM : consiste à faire passer un flux d'électrons à travers l'échantillon que l'on veut examiner. Une image par projection est alors obtenue et peut être analysée. Le TEM permet notamment de voir des éléments très petits comme les atomes.

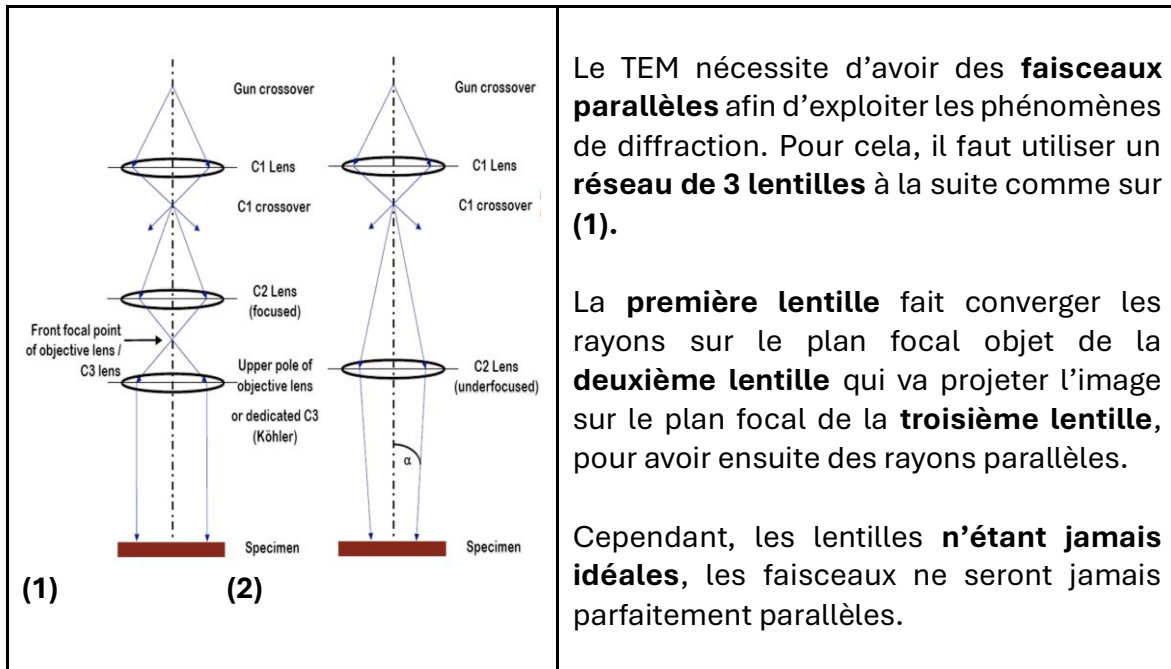


L'ensemble du microscope est **entouré par une fine couche de plomb** pour contrôler les radiations qui sont produites et protéger l'opérateur de ces radiations.

Le TEM haute résolution est **très sensible**, il est donc placé dans une **chambre isolée et sur ressort** afin d'amortir les vibrations causées par les éléments extérieurs.

Approximation par lentille mince : image de la source est placée au foyer F_0 du condenseur 2. Produit une illumination parfaitement parallèle sur l'échantillon.

2/Illumination



3/Interactions

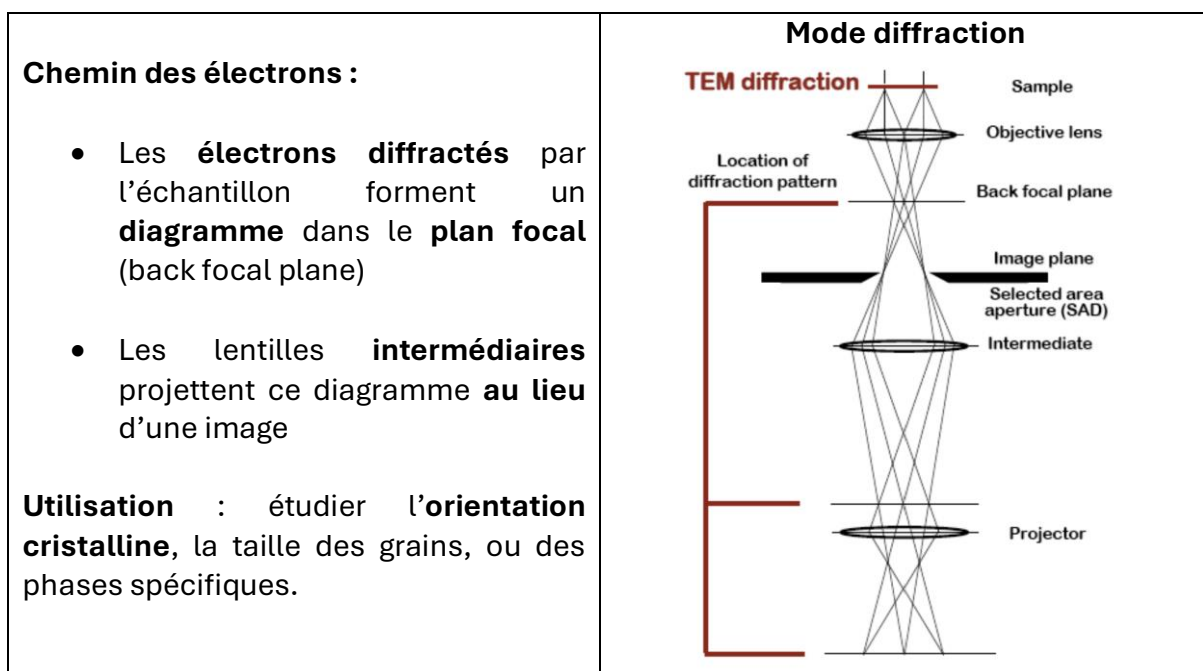
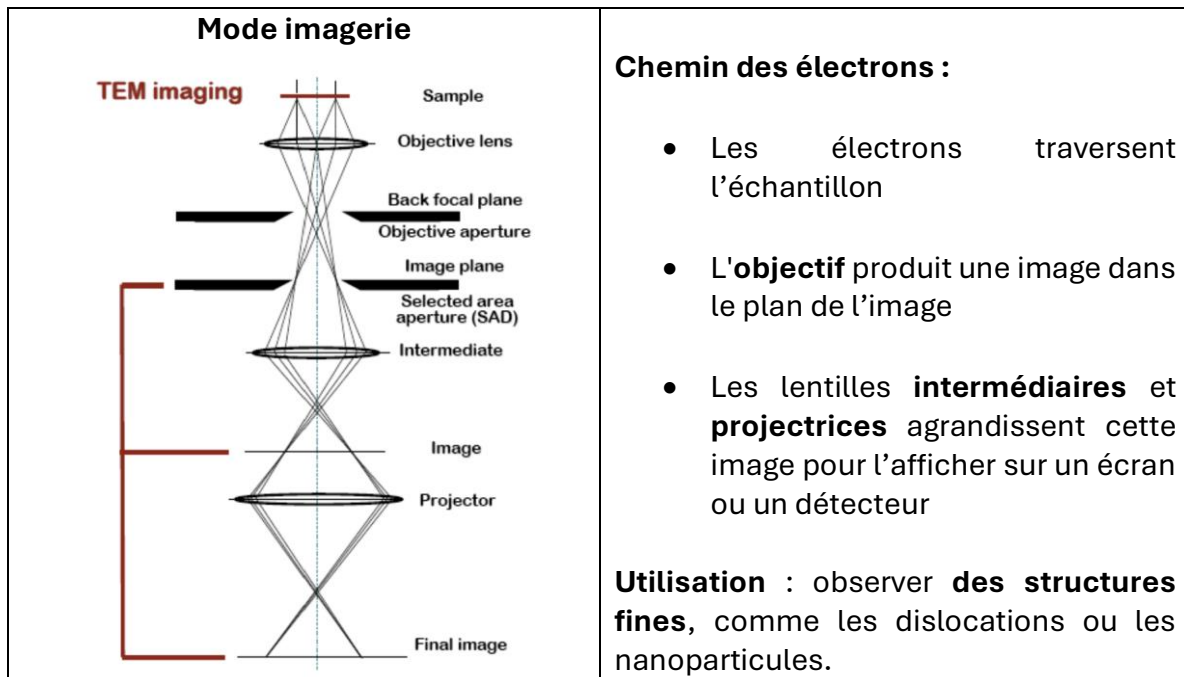
En TEM, les échantillons étudiés ont une épaisseur très faible afin que les électrons puissent traverser l'échantillon. Il y a ainsi trois principales interactions :

- **Faisceau transmis (direct beam)** : pas d'interaction avec l'échantillon
- **Électrons diffusés élastiquement** : interagissent avec l'échantillon, **sans perte d'énergie**, donc portent l'information. Ici l'information correspond à la structure cristalline, l'orientation, et le contraste en Z.
- **Electrons diffusés inélastiquement** : interagissent avec l'échantillon, **avec perte d'énergie** donc portent l'information. Ici l'information est la composition chimique, la structure électronique, et l'épaisseur.

4/Diffraction

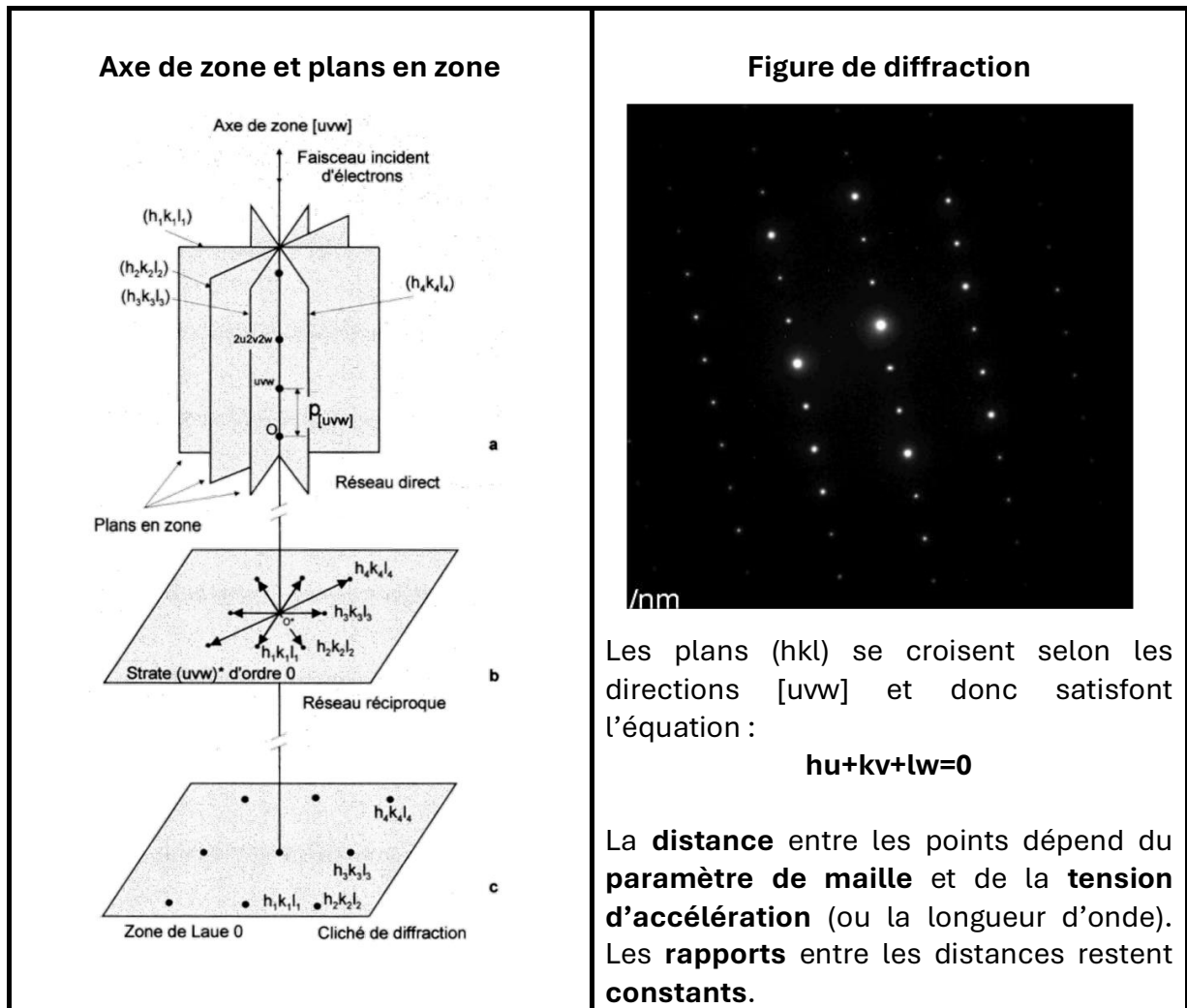
Deux modes de projections sont utilisés en TEM :

- **Mode imagerie** : La figure obtenue sur le **plan image** (première image formé) est projetée et agrandie
- **Mode diffraction** : la figure de diffraction sur le **plan focal** (première figure de diffraction formé) est projetée et agrandie sur l'écran.



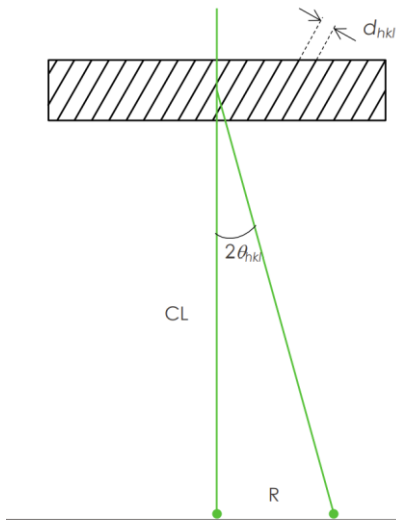
Le faisceau incident d'électrons traverse l'échantillon le long de l'**axe de zone** (axe d'intersection entre plusieurs plans cristallins). Les différents plans cristallins de l'échantillon diffractent ou non ces électrons. Ces plans sont **presque en condition de Bragg**, i.e. quand les **rayons réfléchis** par les plans adjacents **interfèrent** de manière **constructive**, et une part d'intensité est malgré tout diffractée.

Cela conduit à ce que **chaque famille de plan cristallins génère un spot de diffraction**. On obtient alors un réseau de points appelé **figure de diffraction** en mode diffraction.



Normalement, les **spots de diffraction convergent à l'infini**. Les lentilles de projection nous permettent de ramener cet "infini" dans notre microscope. Le **grandissement** de la diffraction est représenté par la **longueur de caméra CL**:

Longueur de caméra



D'après la figure :

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

Pour de petits angles :

$$\theta \approx \sin \theta \approx \text{tg } \theta$$

Avec la loi de Bragg : $n\lambda = 2d\sin\theta$

- n : Ordre de diffraction (un entier, souvent $n=1$).
- λ : Longueur d'onde des électrons ou des rayons X.
- d : Distance entre deux plans atomiques dans le cristal.
- θ : Angle d'incidence des électrons ou rayons X sur les plans atomiques.

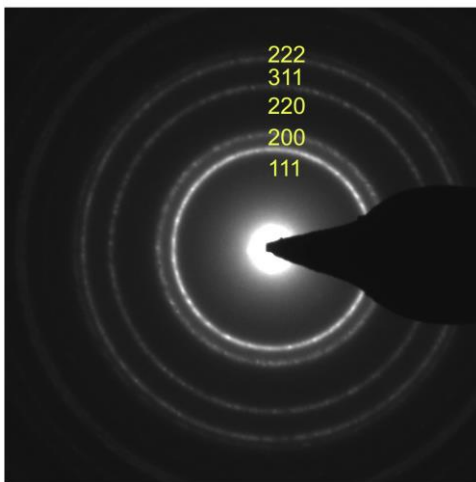
On arrive à : $d_{hkl}R = \lambda CL$ (=cst)

où d est la distance entre les plans et R la distance entre le spot transmis et les spots diffractés

L'analyse des 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**.

Diagramme de poudre :

Exemple de diagramme de poudre



Lors d'observation de poudres, le diagramme de diffraction obtenue s'appelle un **diagramme de poudre**.

En raison des **différentes orientations cristallines**, les spots de diffraction des poudres se superposent et **forment des anneaux**.

Il est encore **possible** d'obtenir les **paramètres de la maille** et le **réseau de Bravais**.

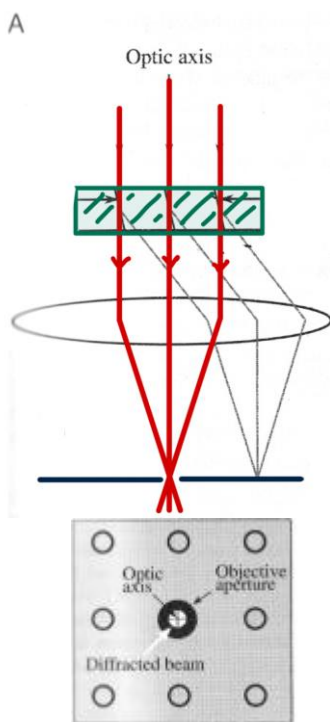
5/Contraste en diffraction

Bien qu'il existe différents contrastes, seul celui en diffraction sera abordé pour le TEM conventionnel. Il permet d'obtenir des informations sur l'orientation et la structure cristalline de l'échantillon observé

Pour cela :

On introduit un **diaphragme sur le plan focal objectif** (c'est là qu'on a l'information sur comment les e- ont été diffractés). Ce diaphragme est mis soit au centre, soit décalé, ce qui donne lieu à deux types d'images (bien qu'on parle de champs clairs et sombres) :

Champ clair (BF) :

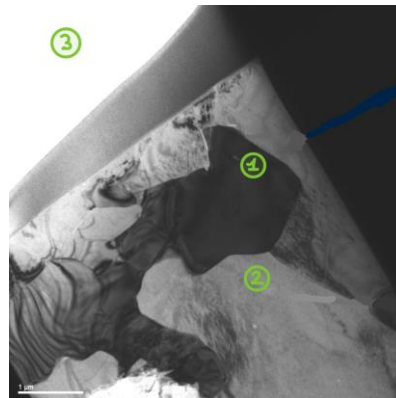


Fonctionnement : Le diaphragme est placé pour ne laisser passer que les électrons directs, ceux qui n'ont PAS été diffractés en passant à travers l'échantillon : l'image est formée avec le faisceau TRANSMIS

Conséquences sur l'image :

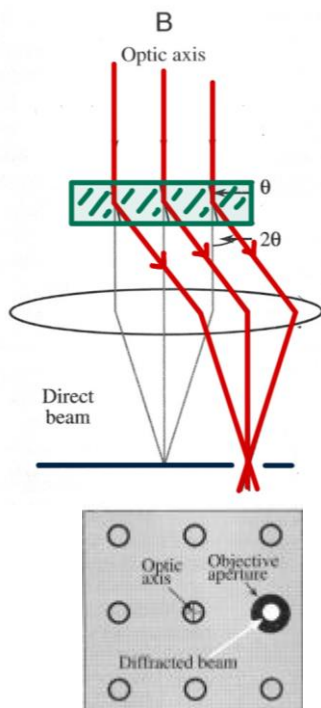
- On augmente beaucoup le contraste
- Le vide apparaît clair

Exemple :



- (1) : Diffracte beaucoup donc apparaît en noir
(2) : Diffracte peu, beaucoup d'électrons transmis donc apparaît clair.
(3) Le vide est clair : on est bien en BF (BrightField)

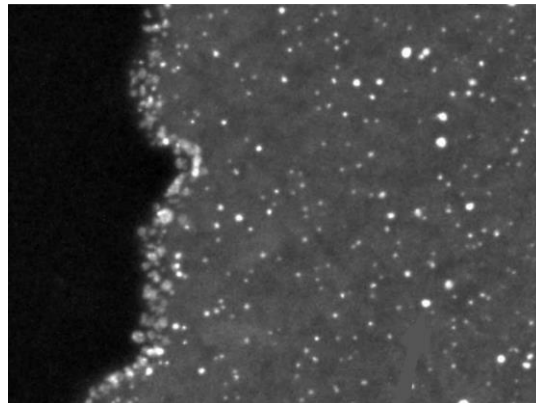
Champ sombre (DF) :



Fonctionnement : Le diaphragme est placé pour ne laisser passer que les électrons transmis, ceux qui ONT été diffractés en passant à travers l'échantillon : l'image est formée avec un des faisceaux DIFFRACTÉS.

Conséquence sur l'image :

- Le vide apparaît en sombre
- Les points qui diffractent beaucoup apparaissent en blanc.



Exemple d'application :

Ici on a 2 phases en présence (une CFC et une CC)

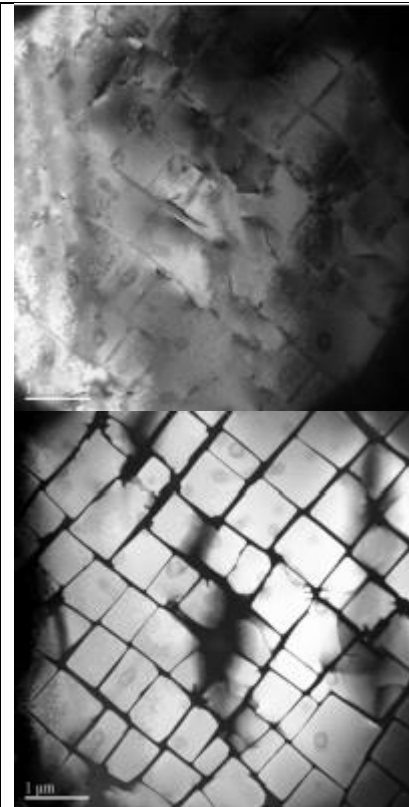
Or certains plans ne diffractent jamais pour une certaine structure (*par exemple le plan (110) ne diffracte pas pour le CFC*).

Alors, en mode champ sombre, on peut très facilement visualiser les deux phases puisque l'une ne diffracte pas du tout quelque soit l'orientation.

On peut donc connaître la taille, les proportions, les orientations des phases !

--> Légende :

- Mode clair (en haut)
- Mode sombre (en bas)



6/ Variations d'Intensité

Hypothèse : L'échantillon ne diffracte seulement dans 1 direction, il y a donc 2 ondes : une qui est transmise et une qui est diffractée

L'intensité des faisceaux transmis varie périodiquement avec l'épaisseur en champ clair comme en champ sombre :

(Lorsque l'épaisseur est très faible, toute l'intensité du faisceau est transmise.

VS

Sur les **zones plus épaisses**, l'intensité du faisceau diffracté augmente (des e- se font diffracter)

VS

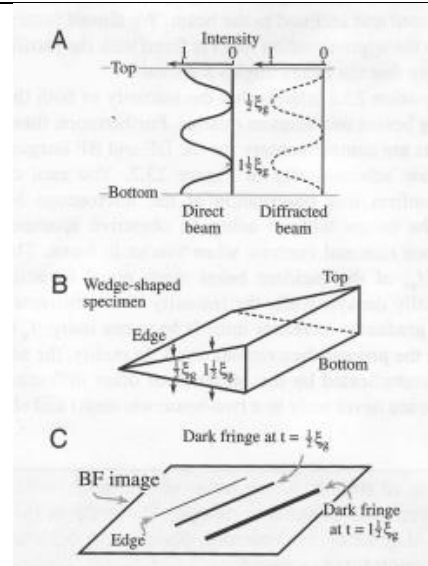
Sur des **zones encore plus épaisses**, l'intensité du faisceau transmis re-augmente (des e- se sont rediffractés dans l'autre sens)

VS

etc...

Finalement si on compare les intensités des e- diffractés ou non en fonction de la profondeur, on a un **profil sinusoïdal périodique** : (A)

DONC ce que l'on va observer sont des **franges d'égale épaisseur** ou on aura cette alternance e- diffractés / e- non diffractés.



Champ sombre

On appelle **distance d'extinction** la profondeur à laquelle tous les e- non diffractés ont été diffractés. Elle correspond à la distance entre 2 maxima dans la figure (A). Elle dépend de l'épaisseur mais aussi de l'orientation et de la composition chimique. Ainsi selon le matériau les périodes d'oscillation seront différentes. On peut donc visualiser la composition chimique d'un échantillon mais pas la quantifier :

Visualisation des variations de composition

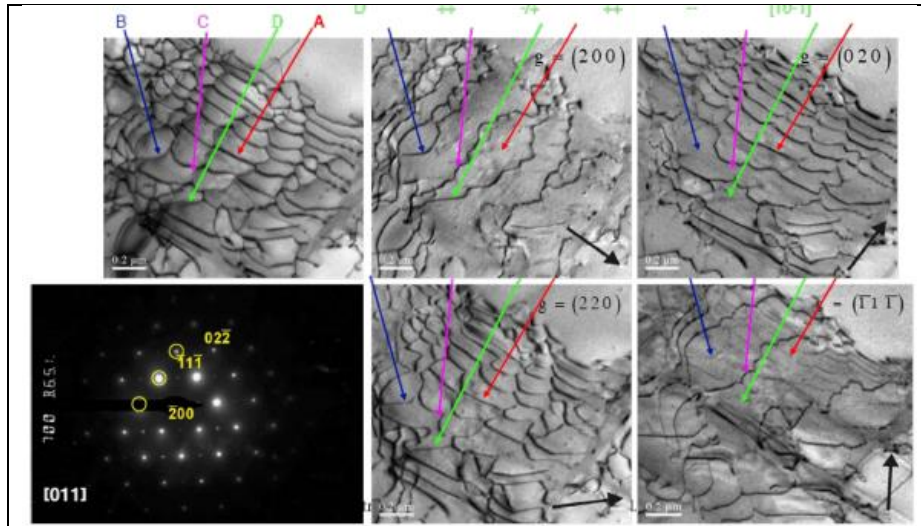
	<p><i>Supposition :</i> Ici on pourrait croire qu'il y a des variations d'épaisseur selon x</p> <p><i>Réalité :</i> MAIS ce sont en réalité uniquement des variations de composition (en vert on a du InGaAs alors qu'en jaune on a du InP).</p> <p><i>Pourquoi ?</i> Le décalage de hauteur entre les bandes sombres (entourés en rouge) est dû au Gradient de composition près des interfaces (En fait, une composition différente implique une différence de profondeur d'extinction et donc une hauteur différente dans les bandes claires et sombres.)</p>
---	---

Visualisation des dislocations

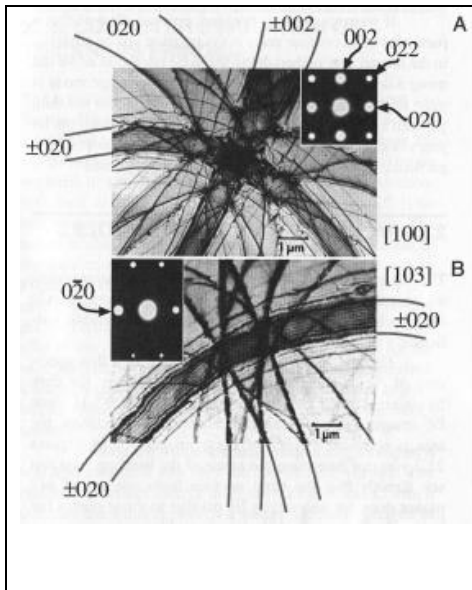
Selon l'orientation des plans de dislocations, il est possible de voir ou de ne pas voir les dislocations : (puisque ce sont des perturbations dans le réseau cristallin) elles vont diffracter dans une orientation différente que les atomes non perturbés et on peut alors les observer.

Si \mathbf{g} est le vecteur de diffraction et \mathbf{b} le vecteur de burgers, alors

- Si $\mathbf{g} // \mathbf{b}$: on voit la dislocation
- Si $\mathbf{g} \perp \mathbf{b}$: on ne la voit pas



Visualisation des Déformations :

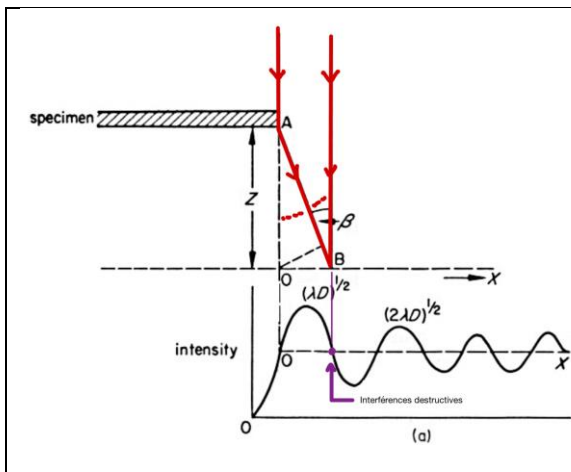


Si on a un échantillon qui a subi une déformation, la diffraction n'est plus la même d'un endroit à l'autre :
(A cause de la courbure, les plans de diffraction seront différents)

Donc en champ clair ou sombre, on va pouvoir observer ces déformations par ces changements de plans de diffraction.

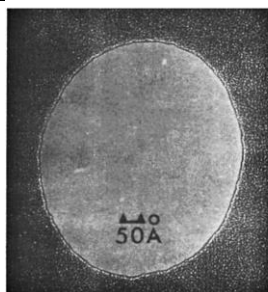
On les appelle
"lignes de déformation" /
"bend contour"

Contraste Franges de Fresnel :

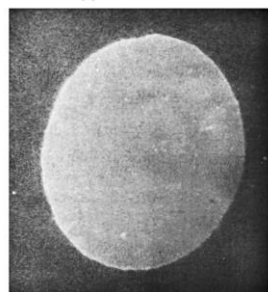


Si nous regardons au bout d'un échantillon, il peut encore y avoir diffraction. À l'interface entre le vide et le bout de l'échantillon, il est possible qu'il y ait **interférences** entre ces **électrons diffractés** et **électrons qui vont tout droit** (faisceau principal).

Ainsi sur l'image voit donc apparaître des franges (qui n'existent pas dans la réalité) appelées **Fanges de Fresnel**



(c) Frange uniforme (sous focalisé)



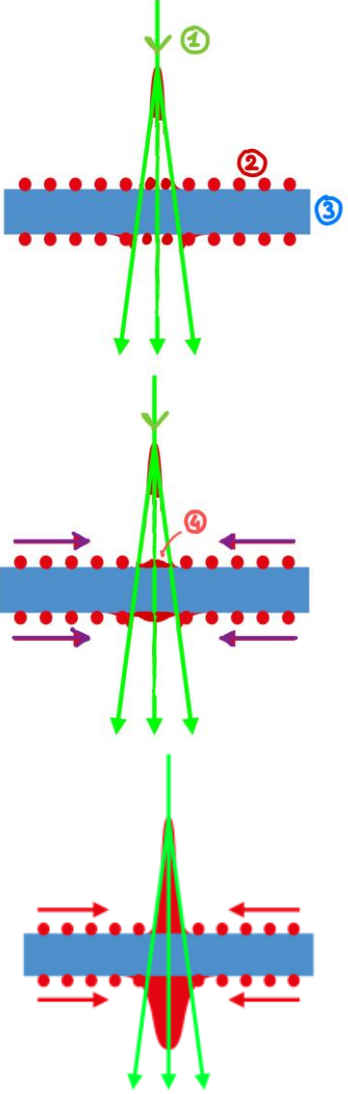
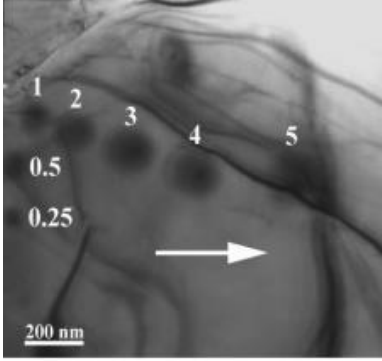
(d) Pas de frange (min de contraste, focalisé)

On peut donc détecter et régler l'astigmatisme grâce à cela.

(Ici les parties claires sont des trous donc les franges apparaissent bien à l'interface entre la matière et le milieu.)

Contamination :

L'échantillon peut contenir des hydrocarbures à sa surface (présents partout par ex sur les mains même propres).

	<p><i>Schéma :</i></p> <ol style="list-style-type: none">(1) Electrons incidents(2) Hydrocarbures(3) Echantillon(4) Dépôt de carbone (décomposition sous le faisceau d'électrons) <p>Ainsi, les hydrocarbures adjacents viennent s'agglomérer pour équilibrer le manque au centre. Ils se font aussi décomposer.</p> <p><i>Conséquence :</i></p> <p>On a alors une accumulation qui fausse l'image (les points noirs n'existent pas)</p>  <p><i>Solution :</i></p> <ul style="list-style-type: none">• Effectuer un nettoyage au plasma (plasma cleaner) pour enlever tous les hydrocarbures autour• Observer l'échantillon sous azote liquide
--	--

Conclusion :

Les contrastes permettent d'obtenir des informations sur l'orientation et la structure cristalline de l'échantillon observé.

Mais aussi sur

- L'épaisseur (franges d'égal épaisseur)
- La composition chimique (qualitativement)
- La déformation qu'a subi l'échantillon
- La présence de dislocations
- La présence de contaminations

Et il est possible de régler l'astigmatisme (franges de Fresnel)