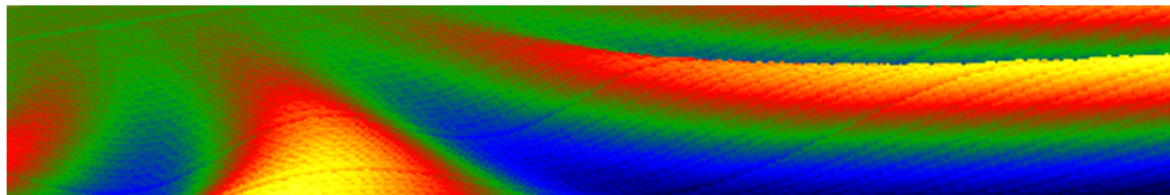


Microscopie électronique en transmission quantitative (*Equipe Défaits Etendus*)



Im2np

Institut Matériaux Microélectronique Nanosciences de Provence
UMR 6242 CNRS, Universités Paul Cézanne, Provence et Sud Toulon-Var



Microscope électronique en transmission FEI Titan corrigé des aberrations géométriques en image



Instrument universitaire (Université Paul Cézanne) intégré à la plateforme de caractérisation CIM-PACA (association ARCSIS) et au TGI national METSA.



L'essor des nanotechnologies et les besoins croissants en caractérisations structurales et chimiques à l'échelle nanométrique ont souligné au cours des dernières années la nécessité d'outils d'analyse physico-chimique associant une très grande sensibilité et une résolution spatiale atomique.

Dans ce contexte, le développement récent de dispositifs de correction des aberrations des microscopes électroniques et la commercialisation en 2005 du premier microscope équipé en série d'un correcteur d'aberrations géométriques ont constitué une avancée considérable donnant accès à des informations jusque-là inaccessibles par des techniques de caractérisation classiques.

De part l'activité soutenue dans le domaine des nanotechnologies et les nombreuses recherches consacrées à l'étude des nano-structures et nano-objets menées au sein de l'IM2NP, l'institut a pris une part active dans le développement de la microscopie quantitative et haute résolution sur le site de Saint Jérôme à Marseille.

L'installation d'un microscope FEI Titan 80-300 corrigé des aberrations géométriques en septembre 2008 sur le campus a ainsi incarné cette volonté d'exploiter les techniques de microscopie avancées les plus récentes pour répondre aux exigences instrumentales nouvelles soulevées par les problématiques de l'institut.

Appareil cofinancé par : Conseil Régional, Conseil Général des Bouches-du-Rhône, FEDER



Microscopie Ultra-haute résolution en illumination cohérente

(Geometrical Aberration Corrected-High ResolutionTransmission Electron Microscopy, GAC-HRTEM)

Grâce à la correction jusqu'au 3^{ième} ordre des aberrations géométriques (astigmatisme, coma) de la lentille objectif, la résolution spatiale accessible à l'aide de cet instrument est inférieure à 0,1 nm. L'utilisation de conditions expérimentales adaptées (imagerie en Cs négatif notamment) est exploitée afin d'optimiser le contraste chimique (cf. Fig. 1). La comparaison entre les profils d'intensité expérimentaux et simulés (cf. Fig. 2) permet d'effectuer une analyse quantitative des intensités et d'extraire l'information chimique concernant la structure étudiée.

< Fig. 1. Micrographie GAC-HRTEM d'un cristal de carbure de silicium (4H-SiC) selon une direction [11-20]. Les doublets C-Si sont distants de 1,09 Å. Image : M. TEXIER
En encadré : simulation multi-slice de la structure étudiée effectuée à l'aide du logiciel JEMS (Pierre Stadelmann).

<http://cimewww.epfl.ch/people/stadelmann/jemswebsite/jems.html>

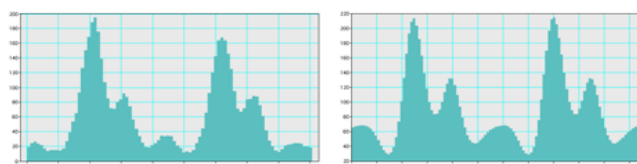
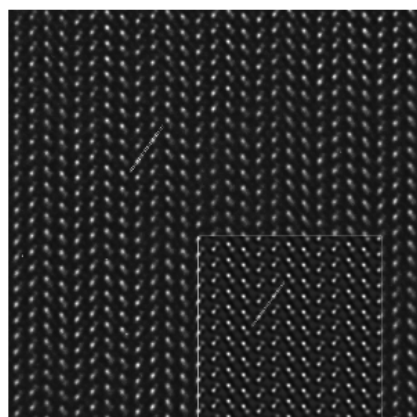
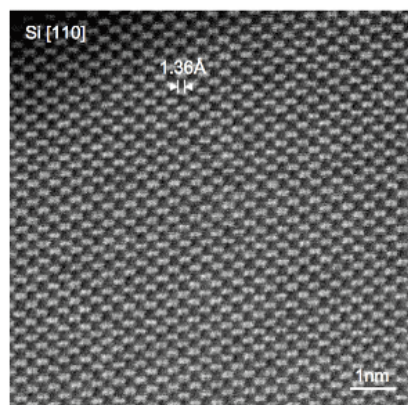


Fig. 2. Profils d'intensité. A gauche : expérimental. A droite : Simulé.

Imagerie chimique Haute résolution en illumination incohérente



(High Angle Annular Dark Field-Scanning Transmission Electron Microscopy, HAADF-STEM)

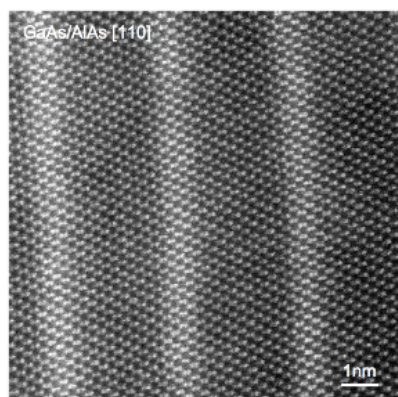
Comme la plupart des microscopes électroniques à transmission de dernière génération, le Titan 80-300 peut aussi être utilisé en mode STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*). Dans ce mode, le faisceau d'électrons incidents n'est plus parallèle mais au contraire condensé en une sonde focalisée balayant la surface de l'échantillon. Un détecteur annulaire est placé dans le plan focal de la lentille objectif, permettant ainsi de collecter les électrons diffusés élastiquement aux grands angles par l'échantillon et d'obtenir une image de champ sombre annulaire, aussi appelée image en contraste de Z (*High Angle Annular Dark Field* ou *HAADF*). Le Titan 80-300 permet d'obtenir dans ce mode une résolution inférieure à 1.5 Å comme en témoigne le cliché haute résolution de Si dans l'axe de zone [110] présenté ci-dessous (cf. Fig. 3). Les doublets du Si, distants de 1.36 Å, y sont clairement résolus.

< Fig. 3. Image de contraste de Z de Si massif dans l'axe de zone [110] enregistrée sur le Titan 80-300 en mode STEM. image : G. RADTKE

L'imagerie de contraste de Z doit simplement son nom au fait que le contraste y est proportionnel au Z atomique des éléments constituant l'échantillon. Ce contraste « chimique » apparaît dans l'exemple suivant de puits quantiques GaAs (1nm)/AlAs (3nm) et est ici principalement dû à la différence de Z entre le Ga (Z=31) et l'Al (Z=13). La popularité de cette technique tient aussi au fait qu'elle permet d'enregistrer simultanément un autre signal de grande importance : le spectre de pertes d'énergie (*Electron Energy Loss Spectroscopy* ou *EELS*).

< Fig. 4. Puits quantiques de GaAs (1nm)/AlAs (3nm) observés dans l'axe de zone [110] en STEM-HAADF sur le Titan 80-300. image : G. RADTKE, échantillon : J.-M. CHAUVÉAU, CRHEA, Sophia-Antipolis.

Ce signal provient de l'interaction inélastique des électrons rapides avec l'échantillon. Parmi les nombreux processus d'excitation possibles, on distingue généralement le régime des faibles pertes (correspondant essentiellement aux transitions inter-bandes et aux excitations collectives du gaz d'électron ou plasmons) de celui des pertes élevées, impliquant des transitions électroniques au sein des atomes de l'échantillon depuis les niveaux de cœur vers les états inoccupés. Ce signal porte une information de nature chimique qui peut être capitale puisqu'il permet d'identifier les éléments présents dans l'échantillon, de les quantifier et de les cartographier avec une résolution spatiale qui peut atteindre celle de la colonne atomique.



Programmes, réseaux

- CIM-PACA (Plateforme Intégrée de Microélectronique de la région PACA, groupe ARCSIS)
- MET-PACA (groupe des utilisateurs de microscopie électronique en transmission en région PACA)
- METSA (TGI : Microscopie Electronique en Transmission et Sonde Atomique)

Microscope FEI Titan 80-300 Cs cor.

Responsable instrument :
Dr Thomas NEISIUS +33 (0) 491 288 425 ou +33 (0) 491 288 427
mail thomas.neisius@univ-cezanne.fr

Responsable scientifique :
Dr Jany THIBAUT-PENISSON +33 (0) 491 289 087

Chercheurs :
Dr Guillaume RADTKE (HAADF-STEM, EELS) +33 (0) 491 289 012

Dr Michaël TEXIER (GAC-HRTEM) +33 (0) 491 288 098

Dr Maryse LANCIN +33 (0) 491 282 756

Dr Gabrielle REGULA +33 (0) 491 282 756

Dr Luc FAVRE +33 (0) 491 289 159

Dr Claude ALFONSO +33 (0) 491 288 565

Spécifications techniques.

Tension d'accélération (kV)	80 à 300
Limite d'information (nm)	0.08
Grandissement maximum	x 1 500 000
Pas de défocalisation (nm)	1.0
Aberration de sphéricité C3 (Cs)	Ajustable ($\pm 1 \mu\text{m}$)
Aberration de sphéricité C5	(6.8 ± 1.0) mm
Aberration chromatique Cc	~ 1.7 mm
Angles d'inclinaison de l'échantillon (max)	a : $\pm 40^\circ$ / b : $\pm 40^\circ$

Lentille objectif / Correcteur d'aberrations géométriques CEOS, CETCOR system

Lentille-objectif	SuperTwin
Méthode de mesure/correction	Méthode de Zemlin
Aberrations mesurées	astigmatisme : A1, A2, A3, A4, A5 coma : B2, B4 sphéricité : C3, C5 autres aberr. : S3, D4
Aberrations corrigées	astigmatisme : A1, A2, A3 coma : B2 sphéricité : C3 (ajustable)

	autres aberr. : S3
Limite de résolution	limite d'information (imagerie en Cs négatif)

Options, équipements

Techniques disponibles	GAC-HRTEM, EF-TEM, STEM (BF, DF & HAADF), C-TEM (BF, DF & WB), CBED, LACBED, EELS, EDS
Détecteurs/Filtres	- EDAX - caméra CCD Gatan Ultrascan 1000P (2K x 2K) - filtre Gatan GIF Tridiem - détecteurs axial et annulaire (STEM-BF&DF) - détecteur annulaire à grand angle (HAADF-STEM). Plage 50-300 mrad.
Porte-objets	- FEI simple inclinaison - FEI double inclinaison
Logiciels	- FEI TIA - FEI TrueImage - Gatan DigitalMicrograph - Plugins DM (GPA...) - JEMS (P. Stadelmann, EPFL)

[Accueil](#) | [Présentation](#) | [Recherche](#) | [Annuaire](#) | [Accès](#)
[Résultats](#) | [Publications](#) | [Séminaires](#) | [Colloques](#) | [Intranet](#) | [Diaporamas](#)