

KOND VII : Structures cristallines - divers

MESURE DE LA RESOLUTION PONCTUELLE DU MICROSCOPE PHILIPS EM 430 ST
PAR COMPARAISON D'IMAGES EXPERIMENTALES ET SIMULEES DE $Ti_2Nb_{10}O_{29}$

P. Stadelmann, Ph. Buffat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne,
Microscopie Electronique I2M, CH-1015 Lausanne, Suisse

Résumé : La comparaison d'images simulées et expérimentales de $Ti_2Nb_{10}O_{29}$ permet d'évaluer la résolution ponctuelle des microscopes électroniques à haute résolution dans les conditions expérimentales et pour des objets habituellement rencontrés. Cette méthode d'évaluation, appliquée au cas du microscope Philips EM 430 équipé d'une lentille SuperTwin, a montré que le coefficient d'aberration de sphéricité de sa lentille objectif est proche de 1.1 mm. La résolution ponctuelle de ce microscope est ainsi meilleure que 0.2 nm.

1. Introduction

En optique conventionnelle la résolution d'un système optique est définie par le critère de Rayleigh en illumination incohérente ou par la fonction de transfert du système en illumination cohérente. En microscopie électronique à haute résolution l'illumination est partiellement cohérente et les coefficients de Fourier $I(h)$ de l'image observée sont reliés à la fonction d'onde O produite par l'interaction des électrons et de l'objet par l'intermédiaire des coefficients croisés de transmission [1,2] :

$$I(h) = \sum_g T(h, h+g) O(h) O^*(h+g) \quad (1)$$

Le système optique n'a pas un comportement linéaire et la définition de la résolution dépend de l'objet choisi. Un critère de résolution est cependant nécessaire pour l'interprétation des images expérimentales. Les films minces de carbone qui ont un comportement d'objet de phase faible du fait de leur faible interaction avec les électrons sont souvent choisis pour mesurer la résolution ponctuelle. Pour un objet de phase faible la relation (1) se simplifie car il n'est plus nécessaire de tenir compte de l'interaction mutuelle des ondes diffractées et une fonction de transfert dite fonction de transfert du contraste peut être définie. Cette fonction est le produit de la fonction de transfert en illumination cohérente $C(h)$ et de 2 fonctions décrivant l'at-



ténuation due à la cohérence partielle spatiale et temporelle [3,4] . Elle est représentée sur la figure 1. La résolution ponctuelle est définie par h^{-1} tel que $f(h) = 0$. Les paramètres expérimentaux intervenant dans le calcul de $f(h)$ sont le coefficient d'aberration de sphéricité C_s qui dépend de la position de l'objet dans la lentille objectif, la défocalisation Z , la divergence du faisceau incident (cohérence spatiale) et la distribution en énergie des électrons de la source (cohérence temporelle). Ces 2 dernières grandeurs sont mesurées de manière indépendante sur les figures de diffraction et par spectrométrie de perte d'énergie (EELS). Pour un objet d'amplitude et de phase (tous les cristaux non infiniment minces) la méthode d'évaluation consiste à comparer des images expérimentales et calculées de manière à en déduire C_s et Z et à définir la résolution en traçant la fonction de transfert du contraste. L'objet idéal doit être de structure connue et présenter des paramètres de maille dans le plan perpendiculaire à la direction d'observation de quelques nanomètres [5]. Le titanate de Niobium $Ti_2Nb_{10}O_{29}$ ($a=0.38$, $b=2.85$, $c=2.05$ nm, groupe d'espace Cmc m) satisfait à ces conditions et est généralement choisi comme objet de référence [6] .

2. Application

L'image 2 montre une image expérimentale de $Ti_2Nb_{10}O_{29}$ obtenue avec le microscope Philips EM 430 ST. La direction d'observation est [100] et des colonnes d'ions Nb/Ti distantes de 0.2 nm sont indiscutablement imagées comme 2 points séparés. Cependant cette séparation ne permet pas d'affirmer que la résolution ponctuelle, au sens défini plus haut, est meilleure que 0.2 nm puisque le critère de Rayleigh est inapplicable.

3. Simulation

La simulation des images de $Ti_2Nb_{10}O_{29}$ se fait en 2 étapes successives :

- 1) Calcul de la fonction d'onde complexe $O(h)$ à la sortie du cristal, et
- 2) Calcul des coefficients de Fourier de l'image.

Le calcul de $O(h)$ est effectué par la méthode "multisllice" utilisant un algorithme FFT (Fast Fourier Transform). Le potentiel projeté d'une maille de titanate de Niobium est échantillonné suivant une grille de 256x256 points, l'épaisseur d'une couche de cristal est de $a/2$ (0.19 nm). Après 20 mailles

(7.6 nm) l'atténuation intrinsèque de la méthode "multislice" est inférieure à 0.9%. Les programmes utilisés font appel à un ordinateur vectoriel AP 500 d'Analogic, couplé au PDP 11/34 de l'Institut. Une itération multislice qui comprend 4 FFT et 4 multiplications de matrices complexes à 256x256 éléments s'effectue en 4 secondes.

Les images simulées ont permis de déterminer l'épaisseur la plus probable du cristal de l'image 2 (entre 1.5 et 2.8 nm) et la valeur de la défocalisation affichée par le microscope (40 nm) a pu être vérifiée. L'image 3 calculée avec un C_s de 1.2 mm montre que l'image est stable pour des défocalisations comprises entre 30 nm (minimum du contraste) et 50 nm (défocalisation de Scherzer). Cette propriété du titanate de Niobium est très importante car il est difficile expérimentalement d'obtenir une défocalisation avec une précision meilleure que 7 nm. D'autre part, la stabilité des images en fonction de l'épaisseur du cristal est nécessaire à la comparaison images simulées - images expérimentales. Cette condition est ici également réalisée et observable sur l'image expérimentale (image 2). L'image 4 montre une série de simulations pour des valeurs de C_s comprises entre 1.05 et 1.20 mm, la valeur de la défocalisation est de 50 nm. On constate que l'augmentation de C_s s'accompagne d'une diminution de la résolution des images. Pour une valeur de C_s de 1.2 mm il n'est plus possible d'affirmer que les colonnes atomiques de Ti/Nb sont séparées. La valeur la plus probable de C_s déduite de la comparaison est proche de 1.1 mm, ce qui induit une résolution ponctuelle inférieure à 0.2 nm (point 3, figure 1).

4. Conclusion

La méthode proposée d'évaluation de la résolution ponctuelle du microscope Philips EM 430 ST permet d'affirmer que celle-ci est inférieure à 0.2 nm. Cette méthode utilise un objet de référence comparable aux cristaux étudiés et dans des conditions expérimentales équivalentes. Elle nécessite cependant le recours systématique à la simulation d'images.

5. Références

- [1] M. Born, E. Wolf, Principles of Optics, Pergamon Press N.Y., (1959).
- [2] K. Ishizuka, Ultramicroscopy 5, 55, (1980).

- [3] J. Frank, *Optik* 43, 25, (1974).
- [4] J. Frank, *Optik* 44, 379, (1976).
- [5] J.C.H. Spence, *Experimental High-resolution Electron Microscopy*, Clarendon Press Oxford, (1980).
- [6] D.J. Smith, *Ultramicroscopy* 11, 263, (1983).

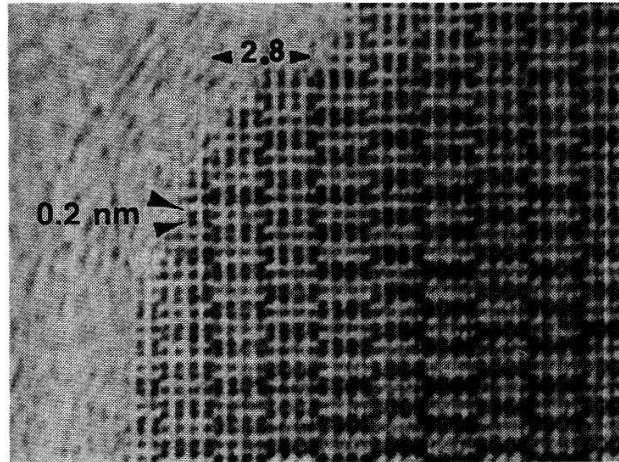
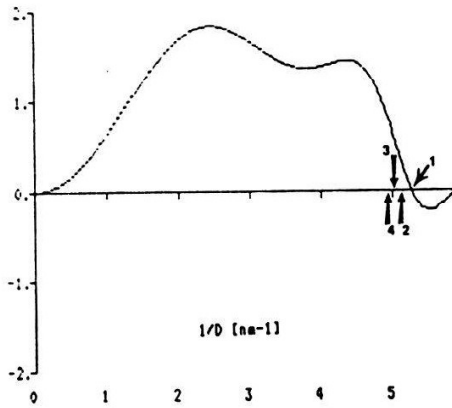
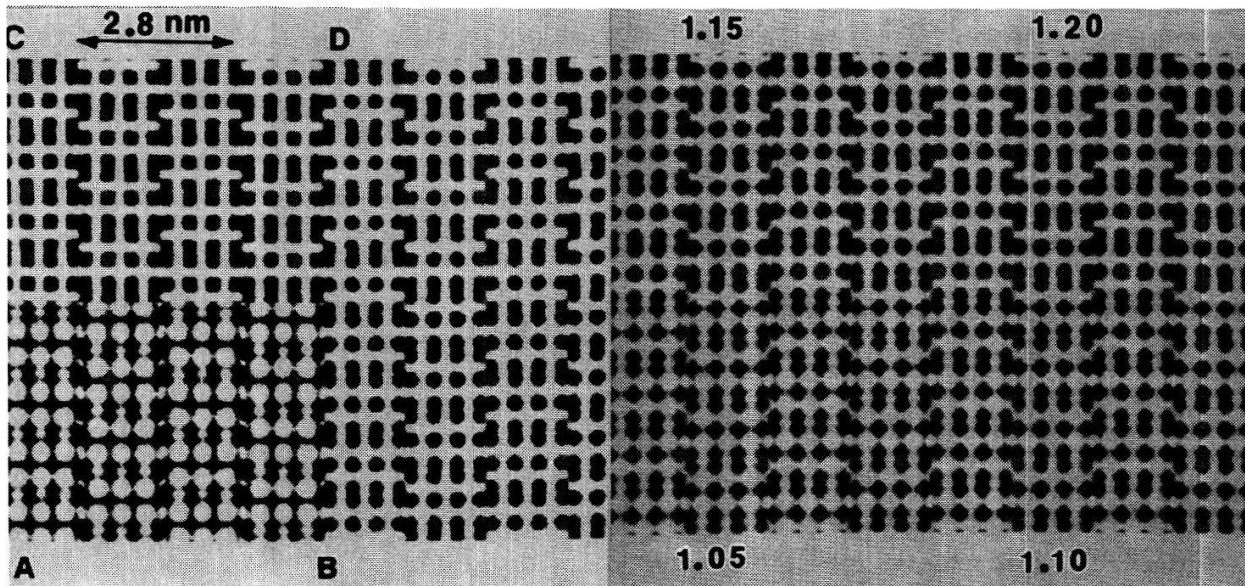


Fig. 1 : Fonction de transfert
 $C_s = 1.1\text{mm}$ (1), 1.15 (2), 1.2 (3),
 1.3 (4); tension 300 kV

Image 2 : Image expérimentale de
 $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$, direction [100],
 tension 300 kV



t: 2.1 nm

Image 3 : Image simulée de
 $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$, défocalisation
 A:60 nm, B:50, C:40, D:30.

Image 4 : Image simulée de
 $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$, défocalisation 50 nm,
 $C_s = 1.05\text{mm}$, 1.10, 1.15, 1.20.