

Mode STEM en SEM: de l'imagerie chimique à l'imagerie des dislocations-

Applications métallurgiques au STEM

Mateis, INSA Lyon, France

*S. Cazottes, T.Douillard, C.Langlois, G.L'hote,
C.Lafond, P.Steyer*

Journal of Microscopy 2008 , vol 232, p112-122

Characterization of precipitates size distribution: validation of low-voltage STEM

D. ACEVEDO-REYES*†, M. PEREZ*, C. VERDU*, A. BOGNER*
& T. EPICIER*

*Université de Lyon, INSA Lyon, MATEIS: UMR CNRS 5510, F69621 Villeurbanne, France

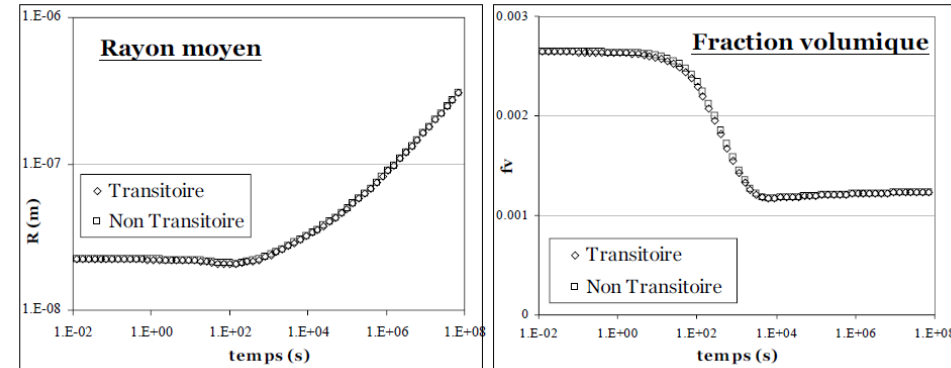
†CREAS, ASCOMETAL, BP 70045, 57301 Hagondange, France

ESEM – XL30



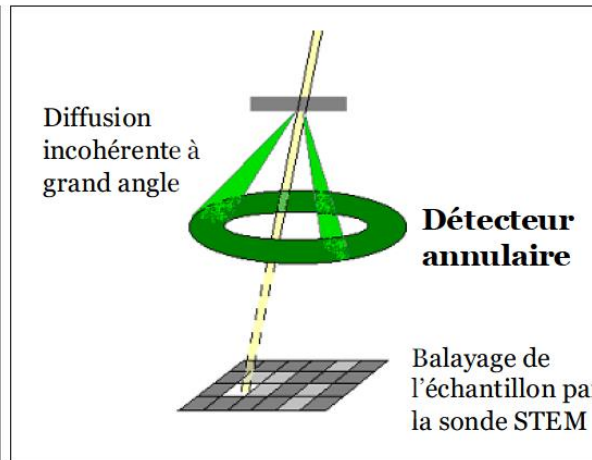
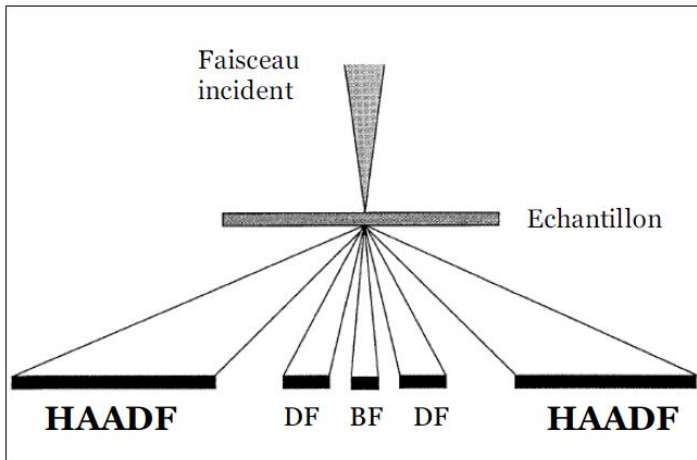
Contexte de l'étude : Modélisation l'état de
précipitation au cours de l'austénitisation
d'aciers microalliés

(Partenariat ASCOMETAL)



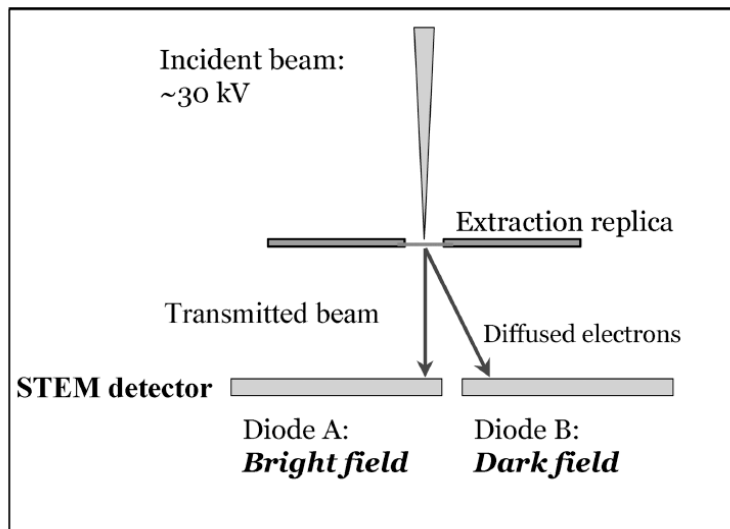
Caractérisation au MEB pour compléter les observations MET?

Mode STEM in SEM pour la caractérisation chimique de précipités



$$I = P \sum \rho_i Z_i^2$$

- ρ_i densité atomique (at/m³)
- Z_i numéro atomique de l'espece i



Angle de collection plus important qu'en mode HAADF mais non déterminé

Fig. 2. STEM detector in SEM: a BSE detector is positioned below the sample.

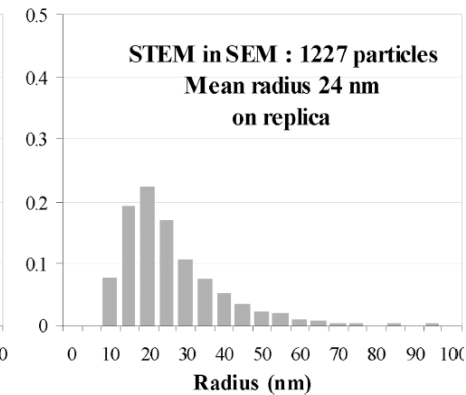
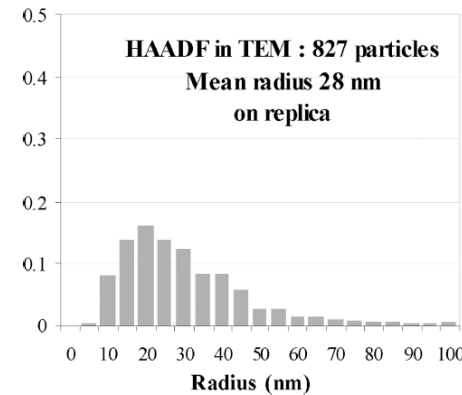
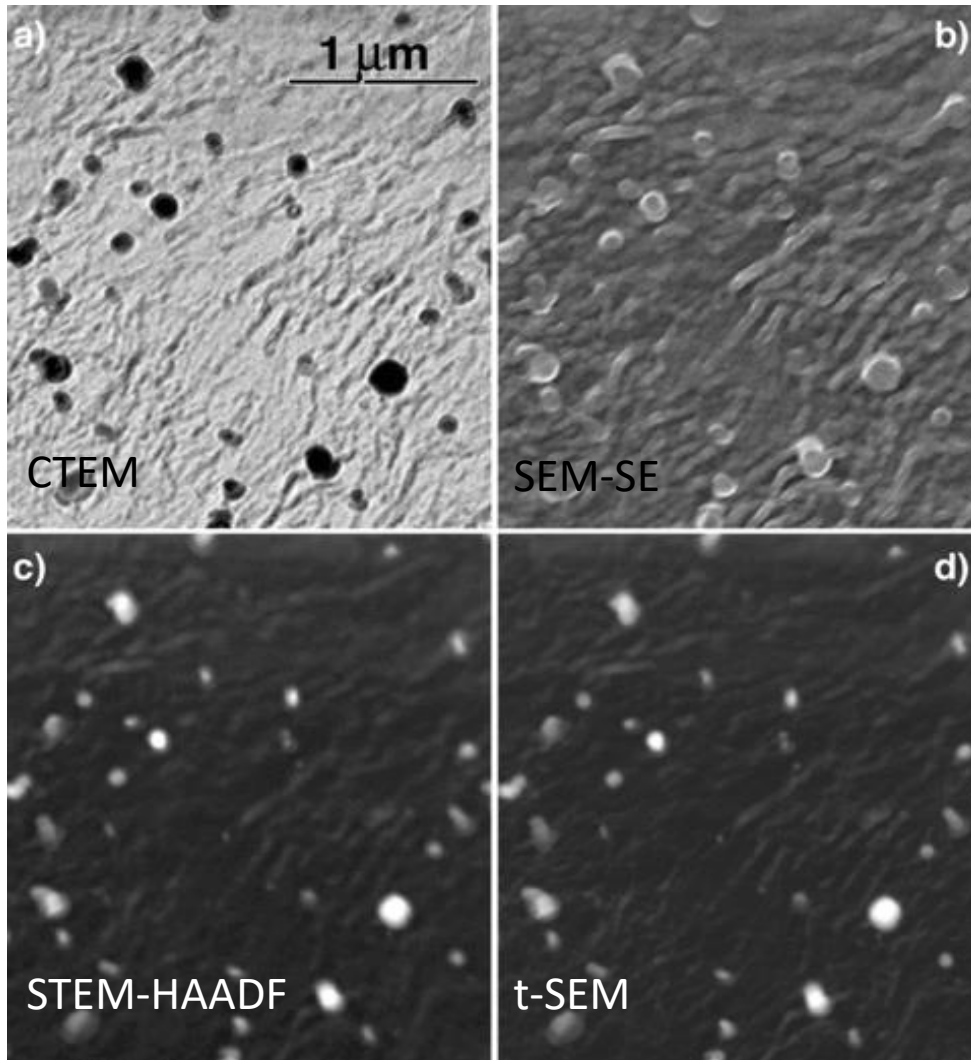
Mode STEM in SEM pour la caractérisation chimique de précipités

t-SEM and SEM 30kV

Bonne correspondance entre les images.

Précipités observables jusqu'à 5nm.

Outil intéressant pour la détermination de distribution de taille de précipités (diamètre moyen 20nm)



Mode STEM in SEM pour la caractérisation chimique de précipités

Contraste

Mode HAADF :

$$I = C \sum n_i Z_i^2$$

Z numéro atomique

n_i nombre atomes

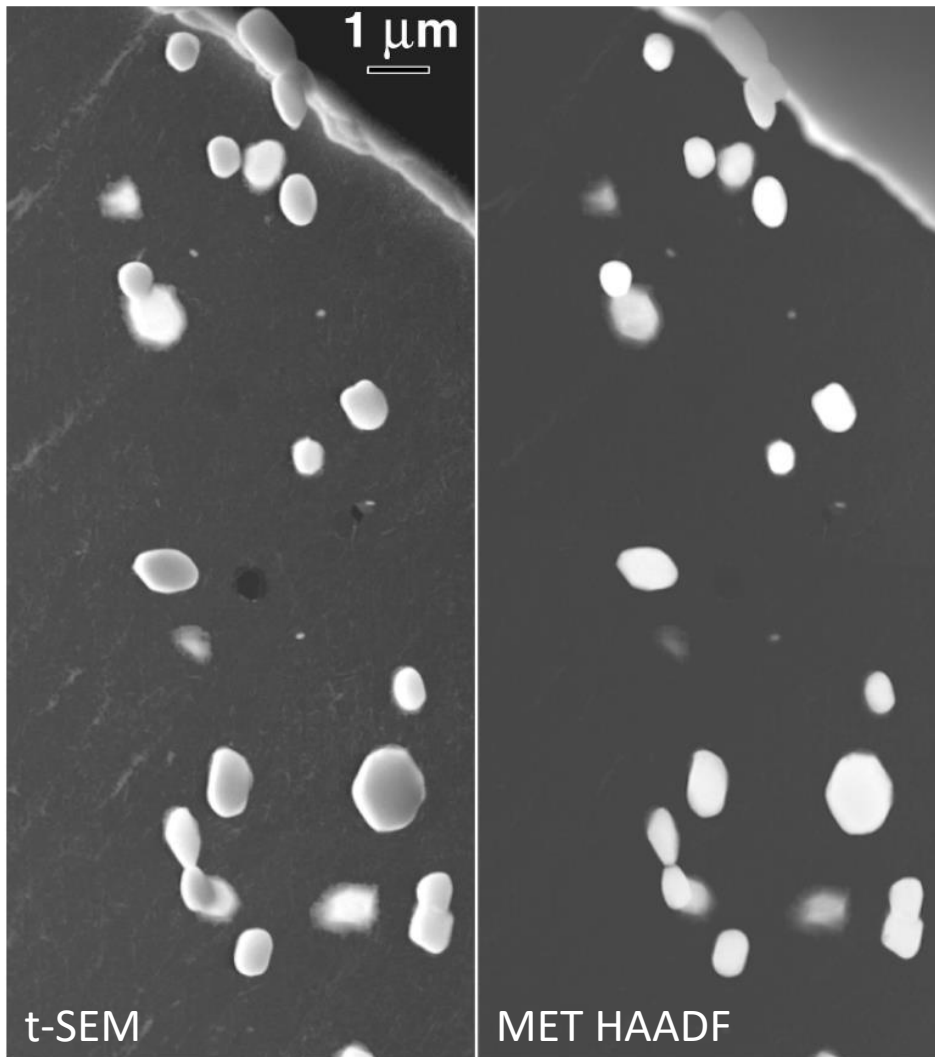
C coefficient de proportionnalité

→ *Les particules les plus volumineuses seront plus claires*

Mode t-SEM :

→ Les particules les plus volumineuses sont plus foncées en leur centre

- Effet de la Tension d'accélération (taille des particules) ?
- Effet de la géométrie du détecteur (angle de collection) ?

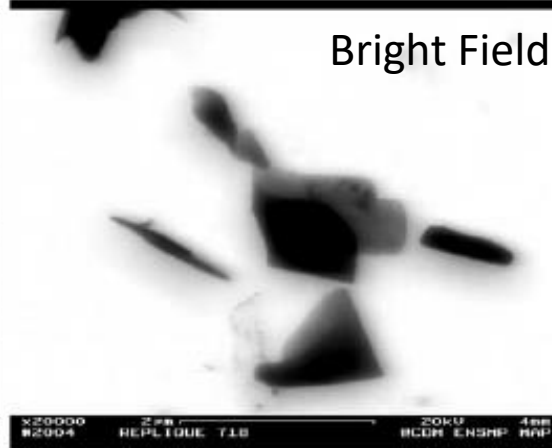
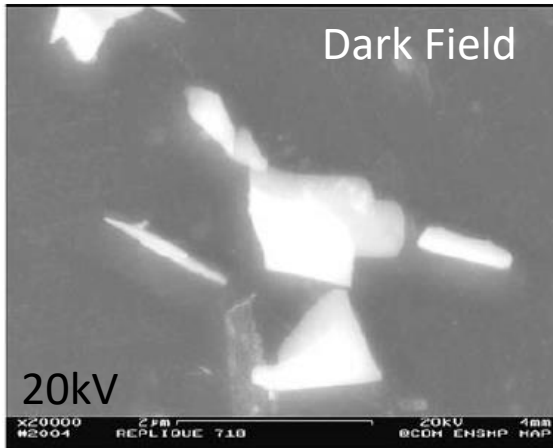


Mode STEM in SEM pour la caractérisation chimique de précipités

F. Grillon, 2006

Low Voltage Contrast with an SEM Transmission Electron Detector

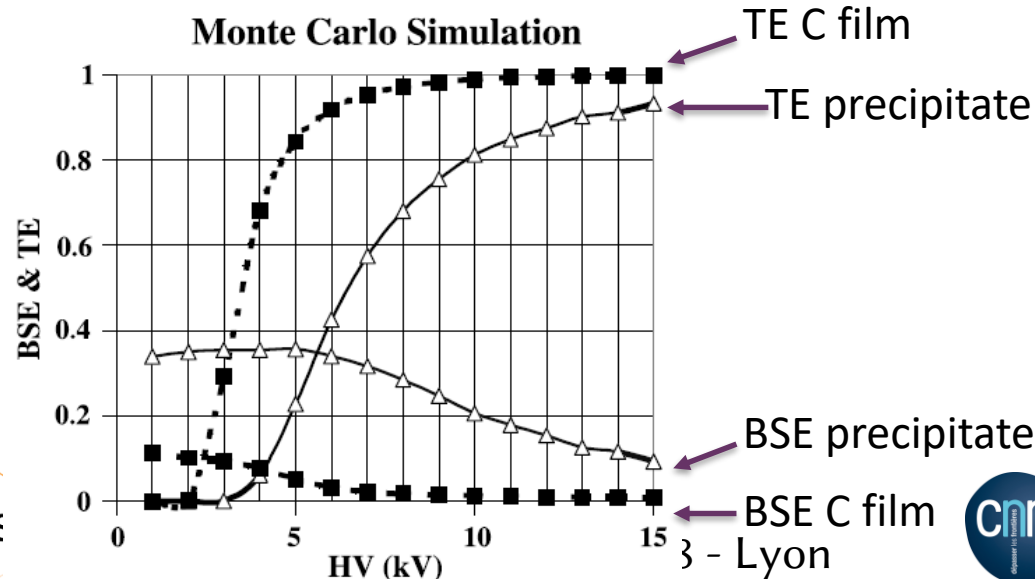
Microchim Acta, 155, 157



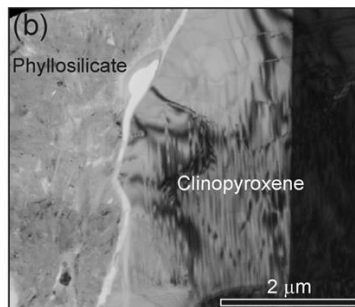
NiAlNb précipités
C film

Inversion de contraste a
faible tension

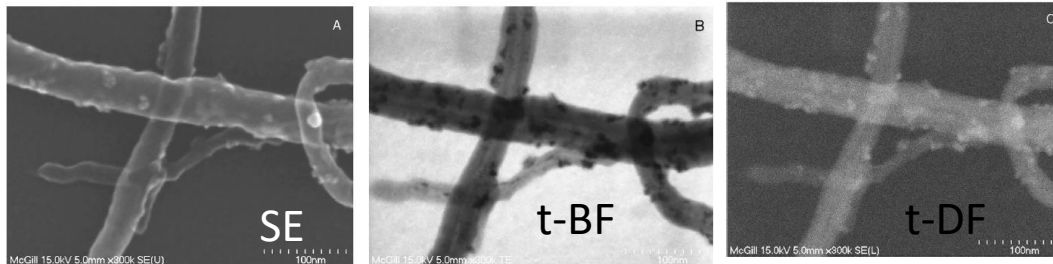
2µm



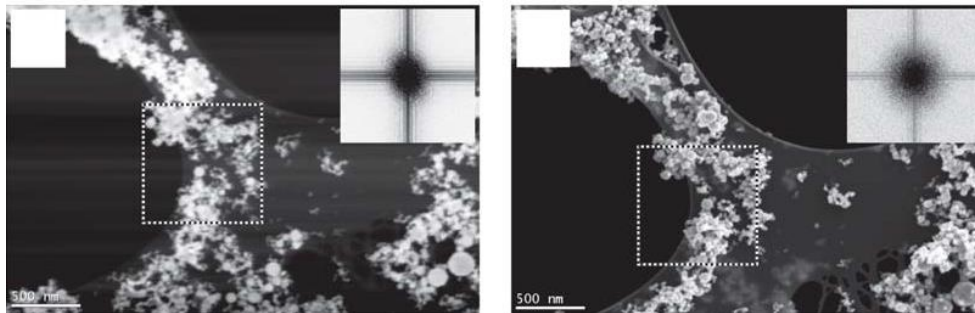
De plus en plus d'applications du mode LV STEM ou tSTEM



M.R.Lee, C.L.Smith
Scanning Transmission Electron
Microscopy using a SEM : Applications to
mineralogy and petrology
Mineralogical Magazine, 2006, p579



C. Probst, R. Gauvin, R.A. Drew
Imaging of carbon nanotubes with tin-
palladium particles using STEM detector
un a FE-SEM,
Micron 38 (2007) 402

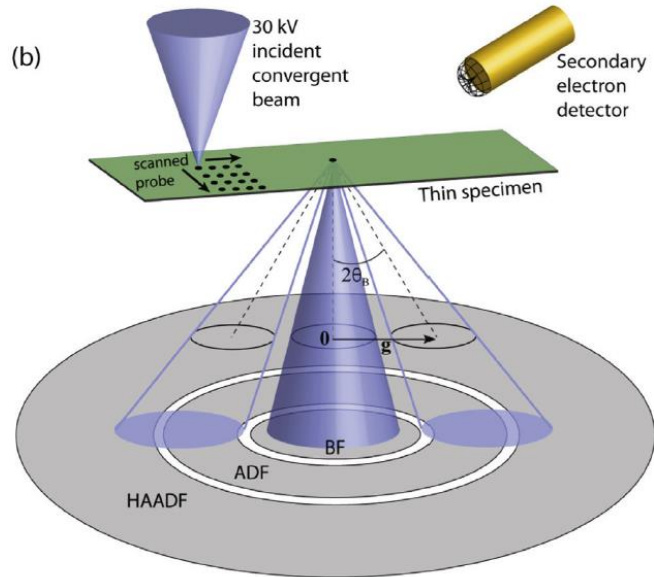


N.Hondow,
J.Harrington,R.Brydson,S.H.Doak,N.
Singh,B.Manshian,A. Brown
STEM mode in the SEM: A practical
tool for nanotoxicology
Nanotoxicology, 2011 5, 515

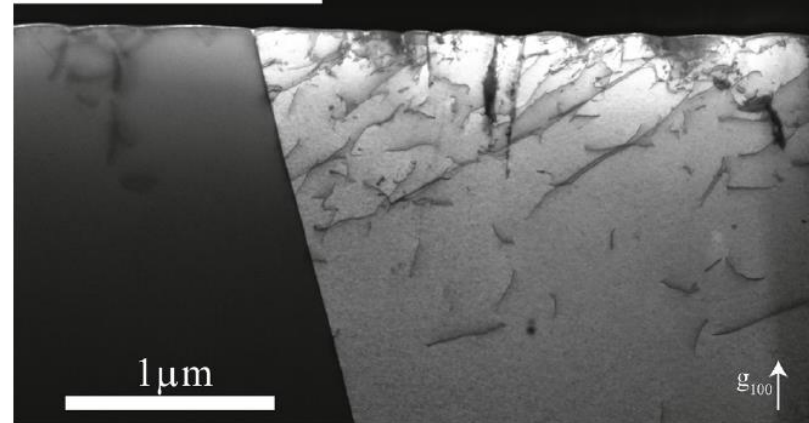
Ultramicroscopy 186 (2018) 49–61

Transmission scanning electron microscopy: Defect observations and image simulations

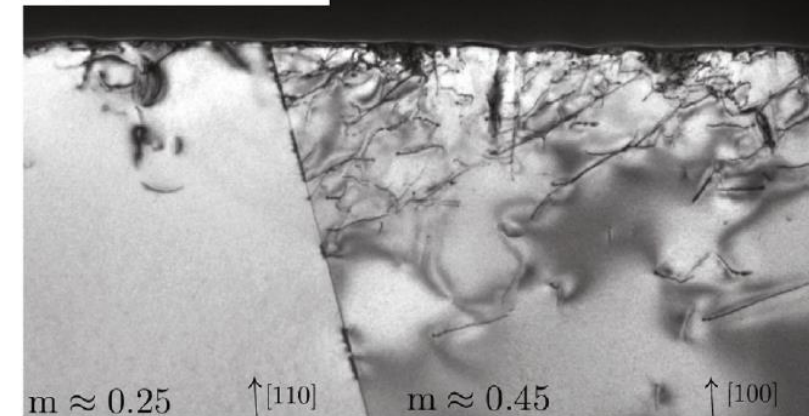
Patrick G. Callahan^{a,*}, Jean-Charles Stinville^a, Eric R. Yao^a, McLean P. Echlin^a,
Michael S. Titus^{a,b}, Marc De Graef^c, Daniel S. Gianola^a, Tresa M. Pollock^a



(a) TSEM - BF

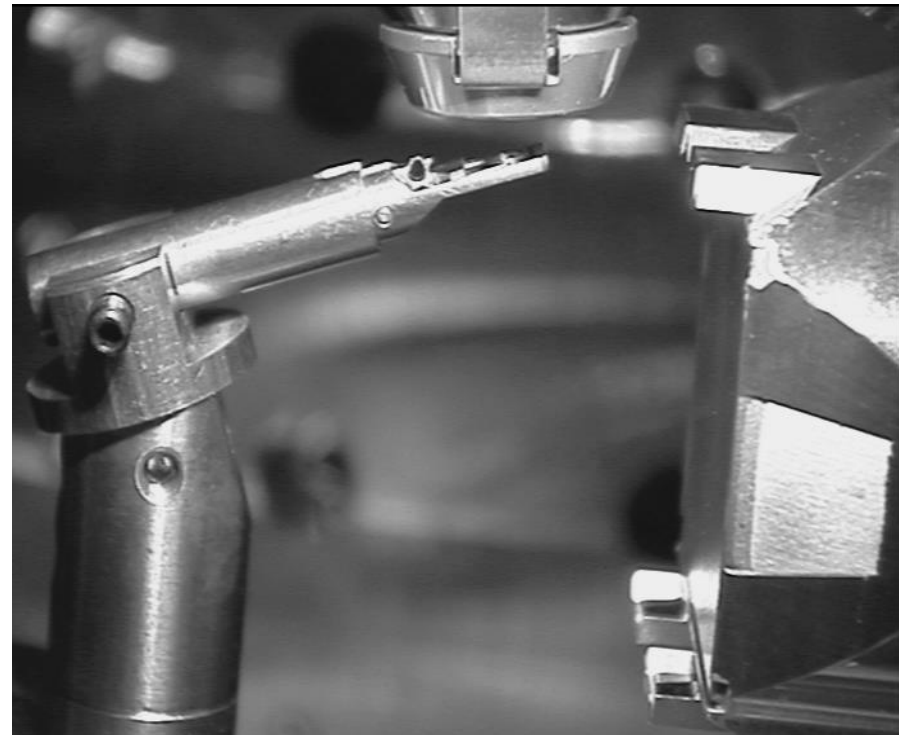
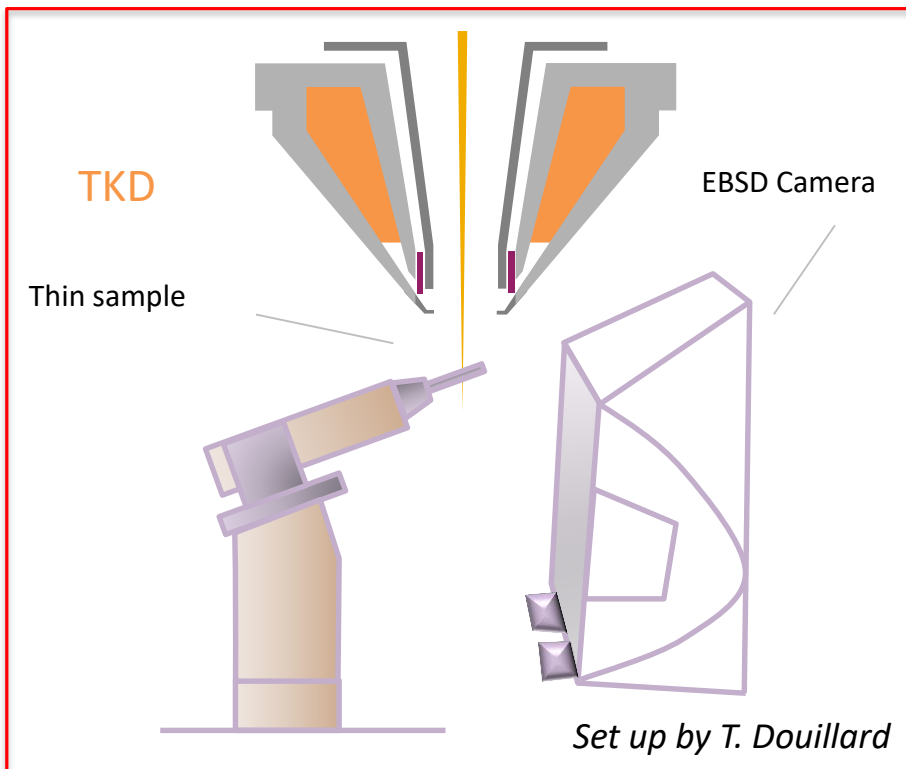


(b) CTEM - BF



possibilité de changer les conditions d'imagerie (-g/g) (g/3g) etc... mais orientation des échantillons complexe

Et avec un détecteur EBSD équipé de diodes FSD?



Même technique, différents noms

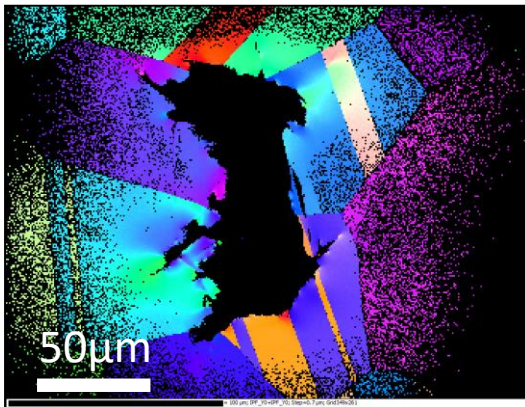
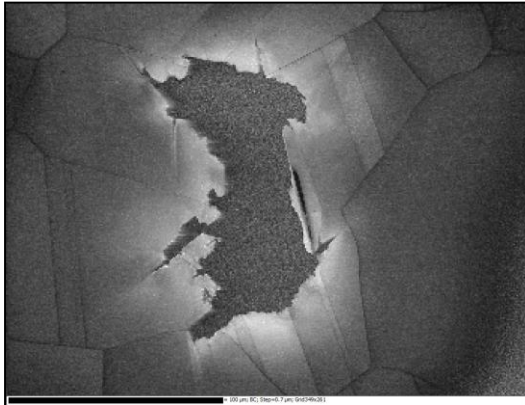
TKD: Transmission Kikuchi Diffraction

t-EBSD : transmission EBSD

EFSD : Electron Forward Scattering Diffraction

Transmission Kikuchi Diffraction: *Une technique qui se répand*

Pour préparer une analyse MET :



Inconel 718

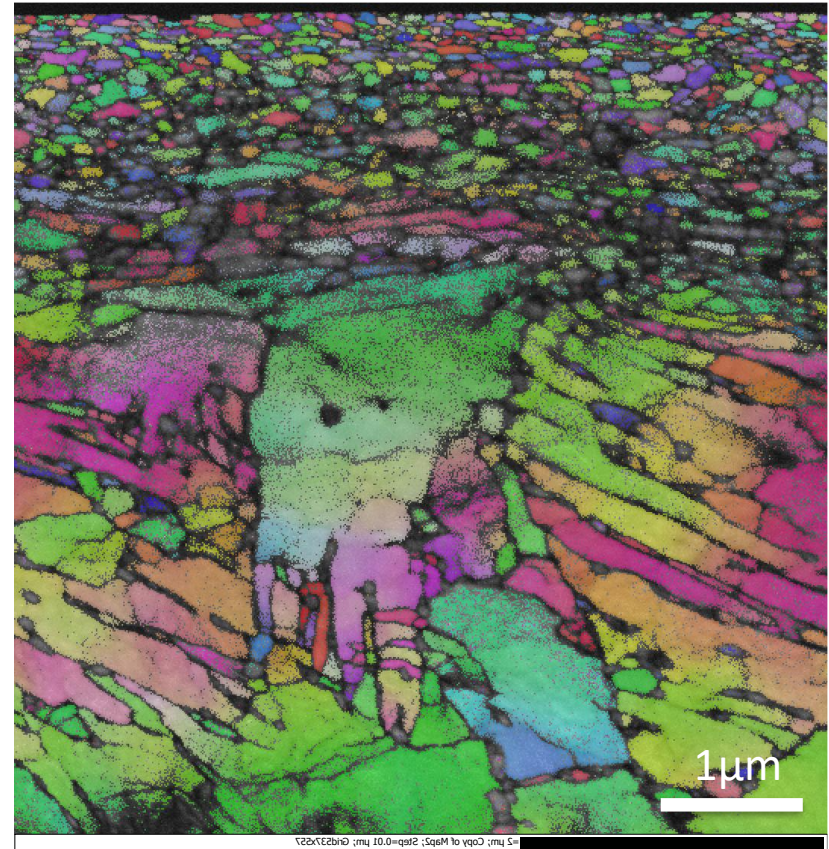
Camera Symetry (CMOS)

Pixel size : 0,7µm

(349 x 261 p)

Temps acq < 2min

Pour les grains de taille nanométriques:



Acier martensitique galetté

Pixel size : 0,01µm

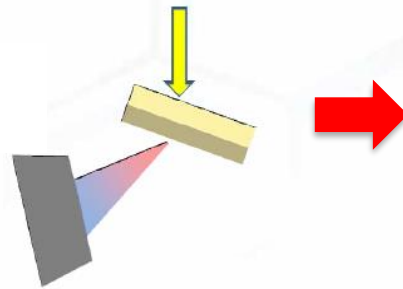
(537 x 567 p)

Temps acq ~1h

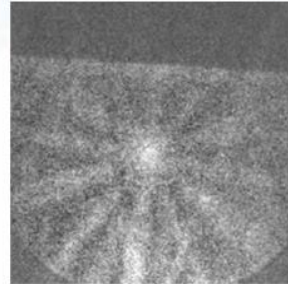
TKD : d'où provient le signal?

Keller and Geiss, J. Microscopy , 2011

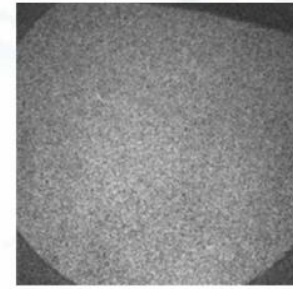
Film Amorphe en dessous



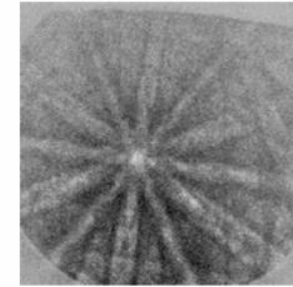
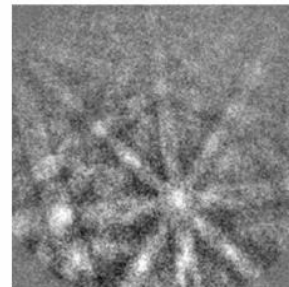
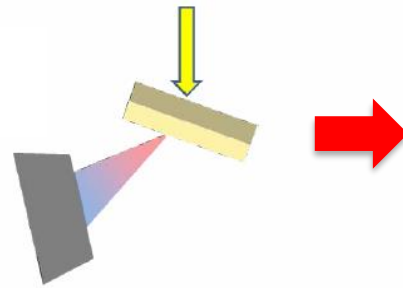
10 nm Au/
20 nm Si_3N_4



10 nm Au/
50 nm Si_3N_4



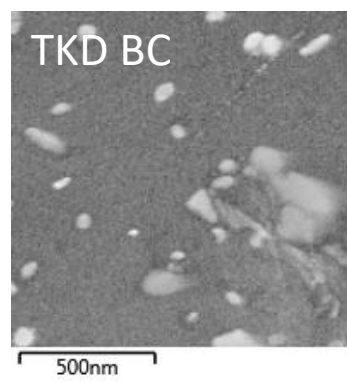
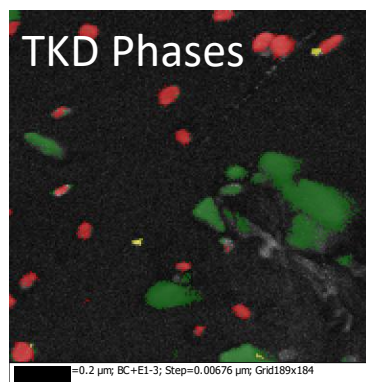
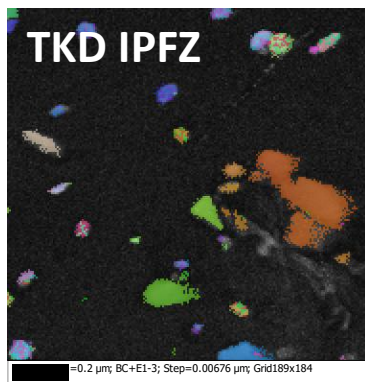
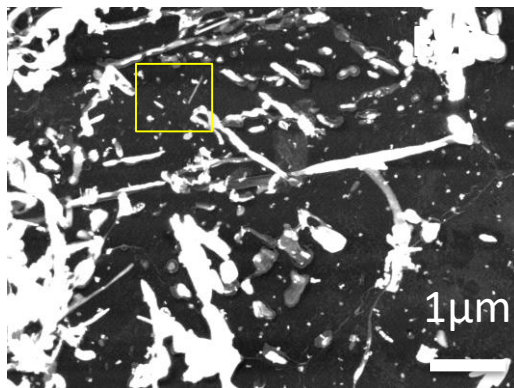
Film Cristallin en dessous



Etienne Brodu, Emmanuel Bouzy, Microscopy and Microanalysis, 2017

Mesure expérimentale sur Si à 25kV : 60nm (indépendant de l'épaisseur de l'échantillon)

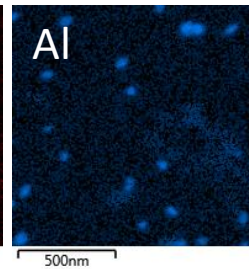
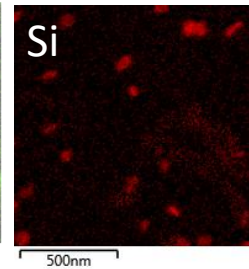
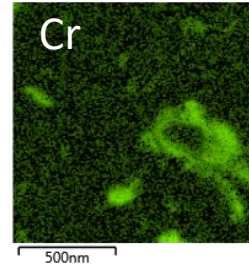
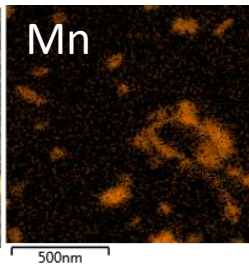
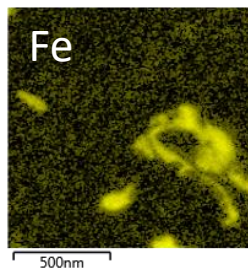
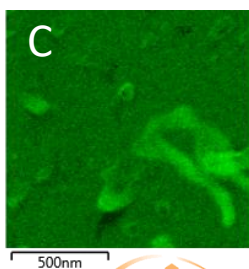
Caractérisation chimique et cristallographique au MEB: cas des répliques



30min
20Hz
Step size 7nm

Jaune : AlN cfc
Rouge (Al,Si,Mn)N
Vert Fe3C

EDS



Caractérisation chimique et cristallographique au MEB: cas des répliques

TEM Titan 300 kV

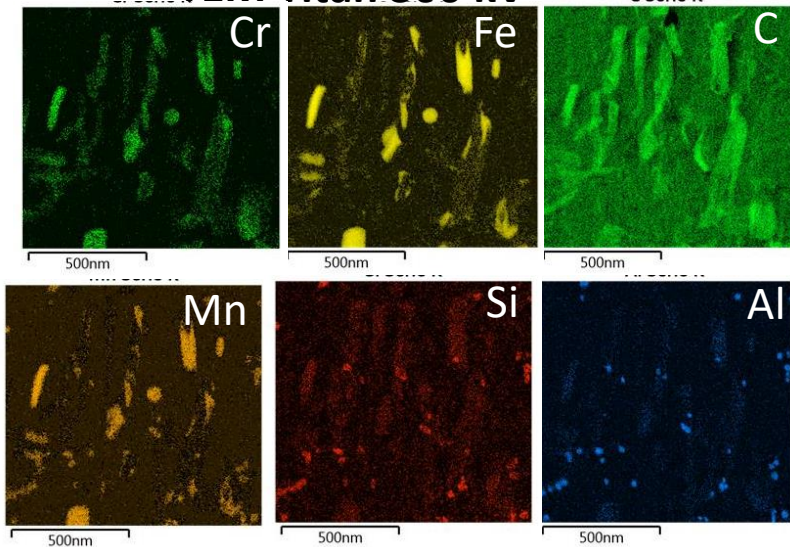
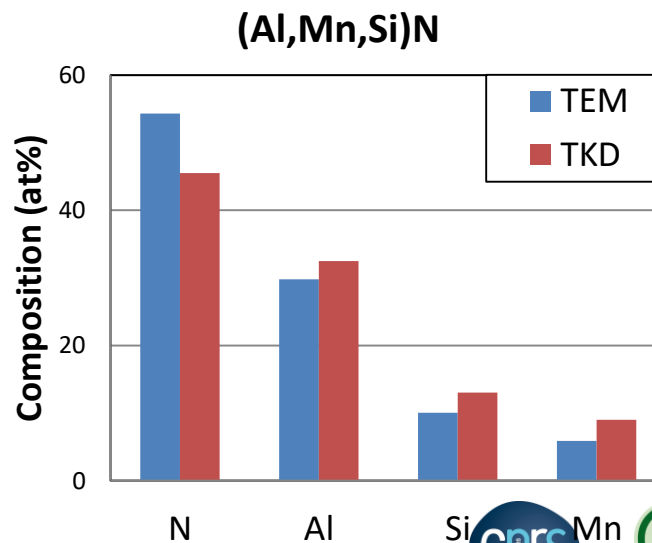
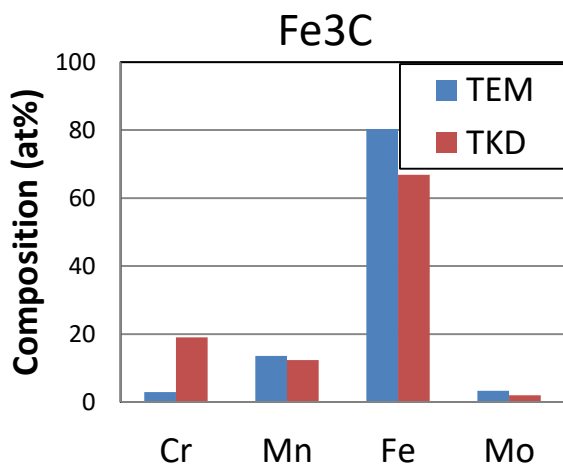
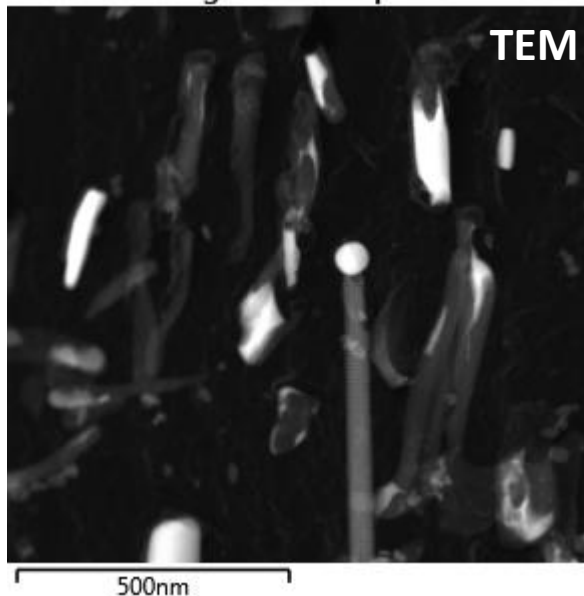
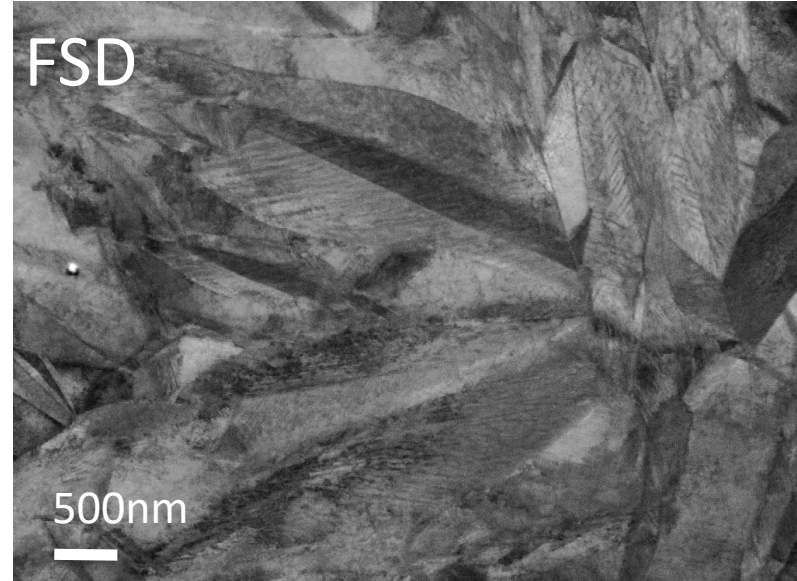
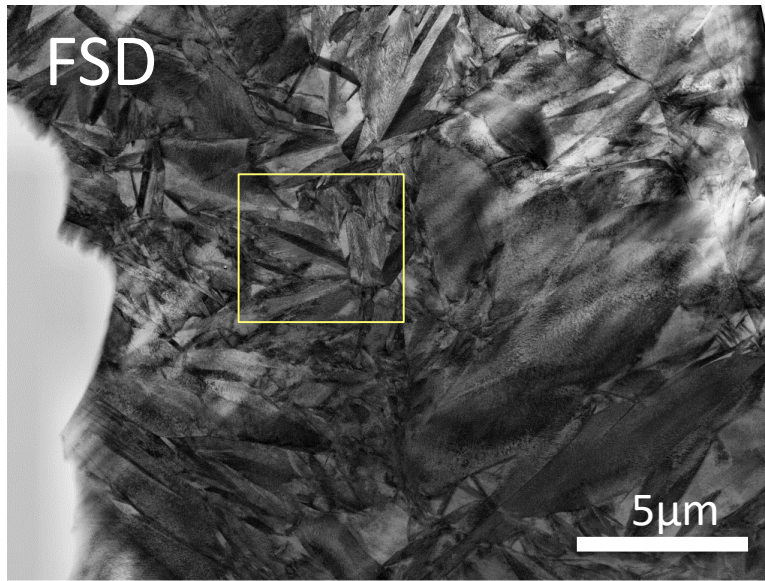


Image électronique 12



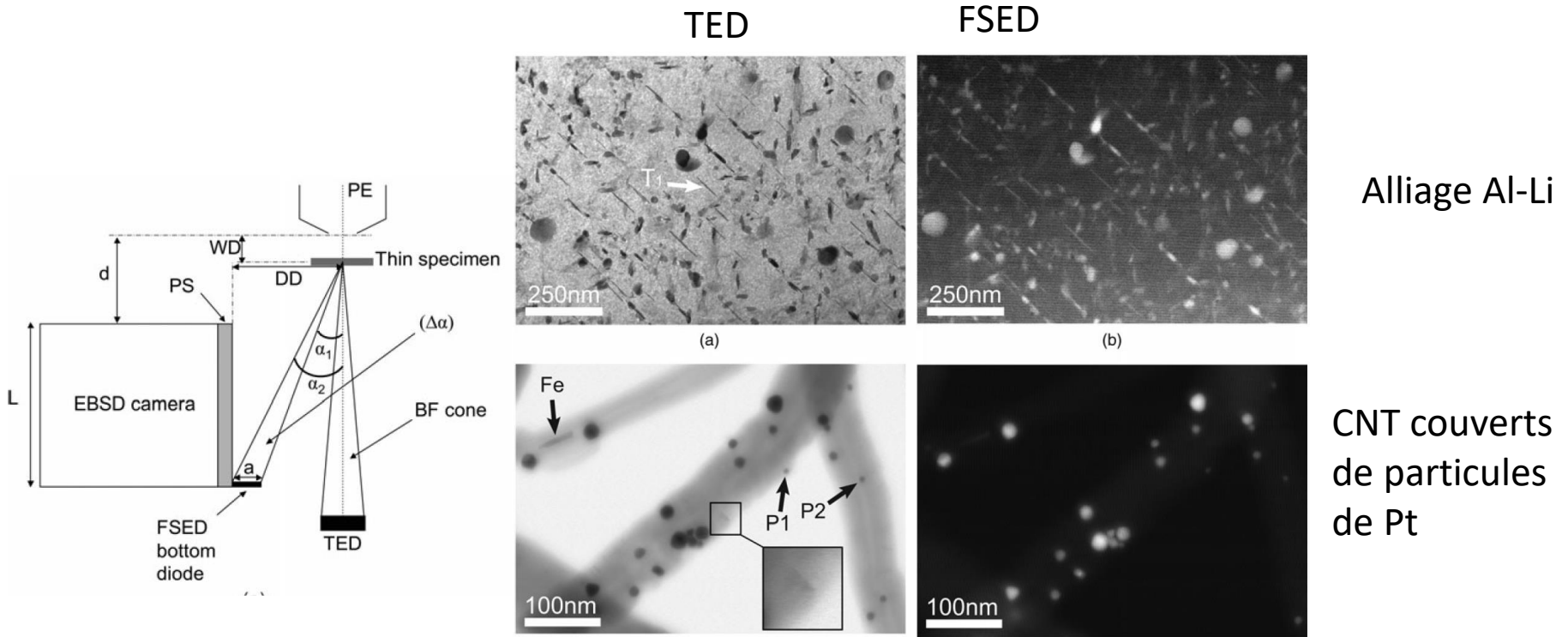
Les diodes FSD: un outil rapide d'observation des lames

Acier martensitique



Fe₃C thickness ~15nm

N. Brodusch et al, Microsc. Microanal. 19, 1688–1697, 2013



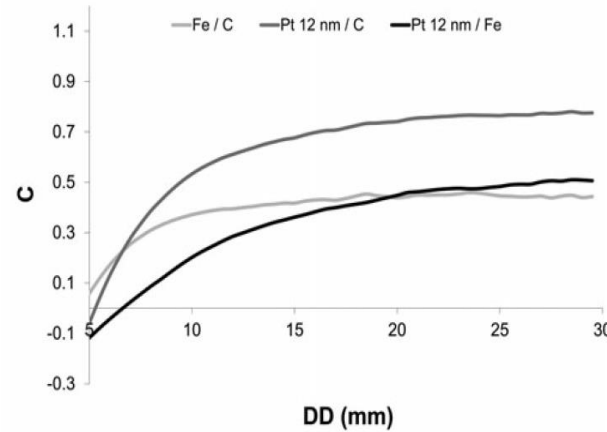
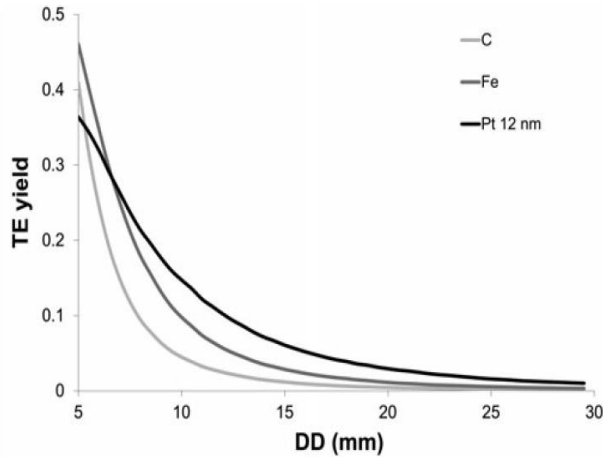
	T83 2099 Al-Li Alloy		CNT/Pt	
	BF-TE	DF-FSED	BF-TE	DF-FSED
Resolution (nm)	2.8	7.8	1.5	9.0
Signal-to-noise ratio	5.1	0.4	22.8	2.0

$$C = \frac{N_a - N_b}{N_a + N_b}$$

Origine du contraste

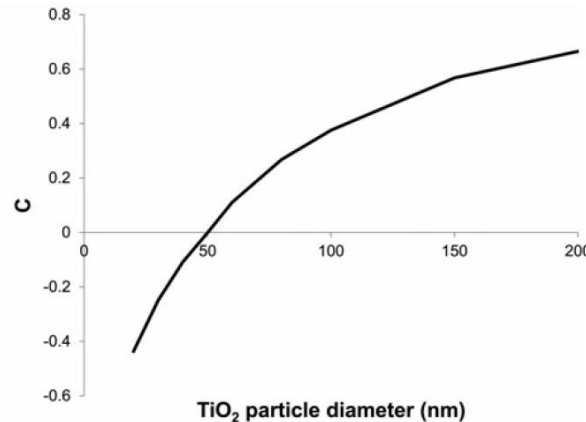
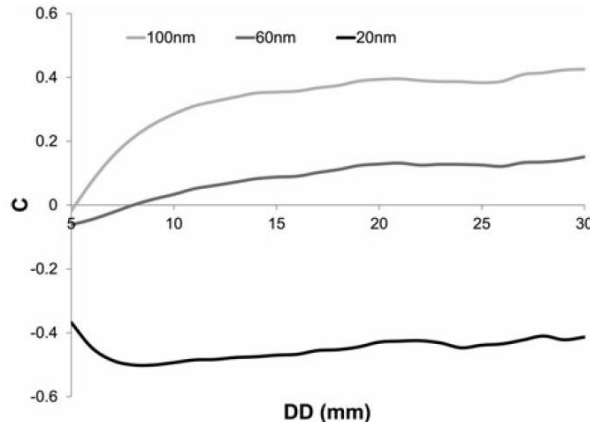
N. Brodush et al, Microsc. Microanal. 19, 1688–1697, 2013

Simulation (Casino) variation contraste et SNR en fonction de DD



- Meilleur contraste pour DD important ($\alpha > 450$ mrad et $DD > 20$ mm). A fort angle le contraste est indépendant de DD
- Mais moins de signal (TE très faible)
- Si $DD < 5$, inversion de contraste entre Pt/C et Fe/C
- Optimum DD entre 15 et 20 nm
- $WD \sim 6$ mm ($\alpha = 419$ mrad)

Simulation (Casino) variation contraste et SNR en fonction de l'épaisseur

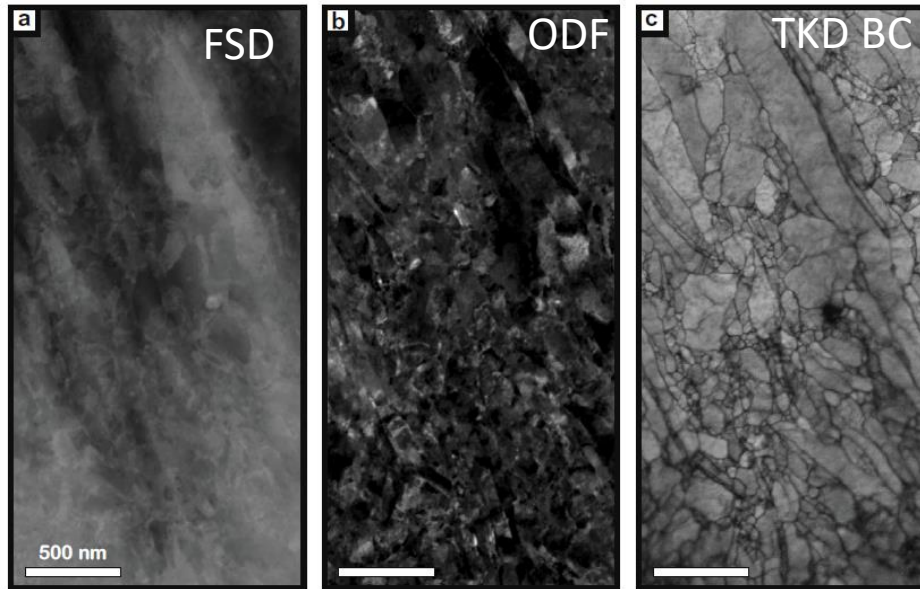


- DD fixe
- Inversion de contraste pour les plus petites particules ($D < 50$ nm)
- Impossible de segmenter les deux populations de précipités

Influence de la position de la diode

P. W. Trimby et al. / Acta Materialia 62 (2014) 69–80

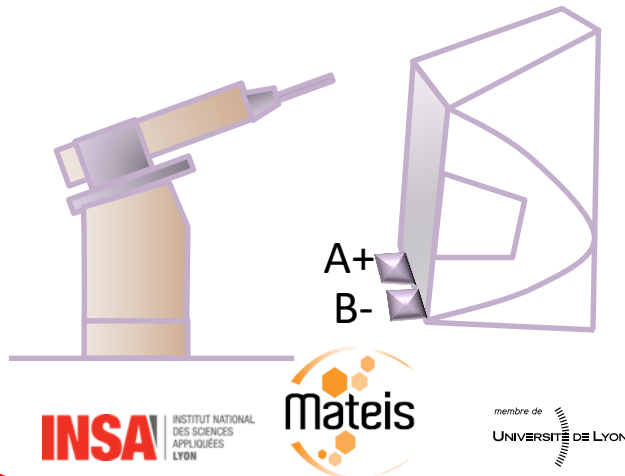
Mix des signaux issus des différentes diodes: ODF (oriented Dark Field)



Alliage Ni-Co

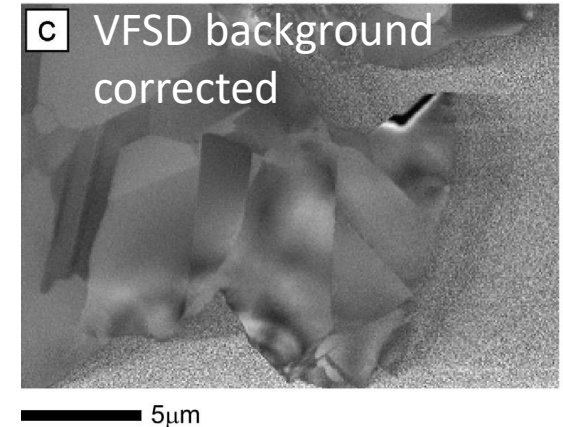
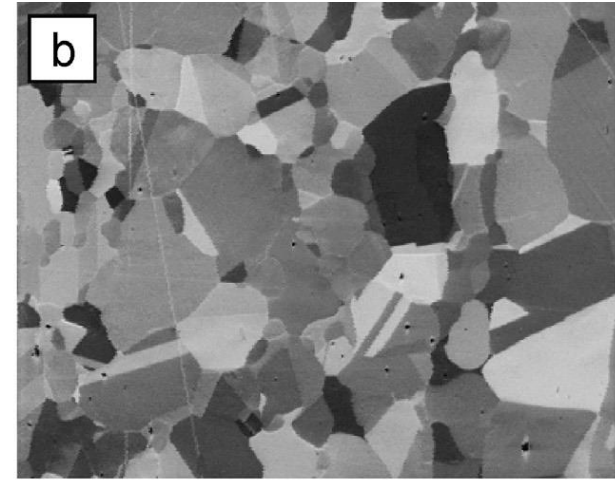
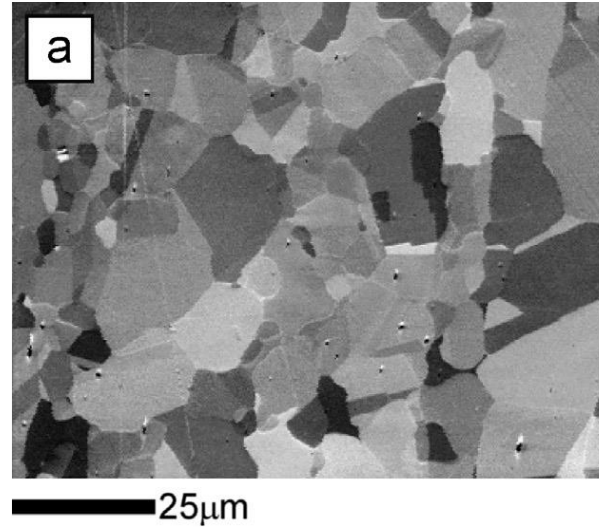
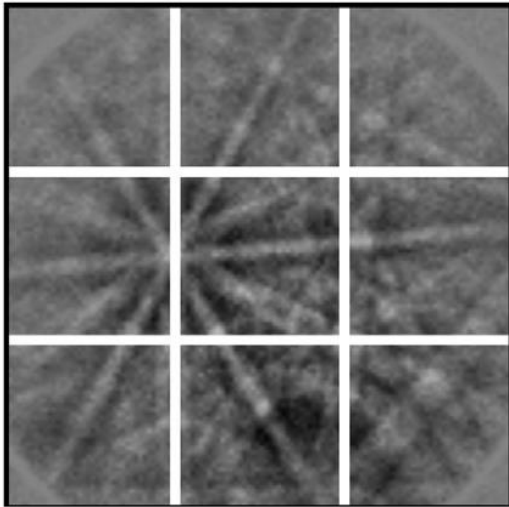
Contraste FSD très dépendant de l'épaisseur.

Soustraire les signaux 2 à 2 permet d'éliminer le contraste d'épaisseur

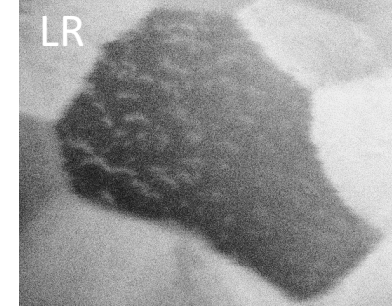
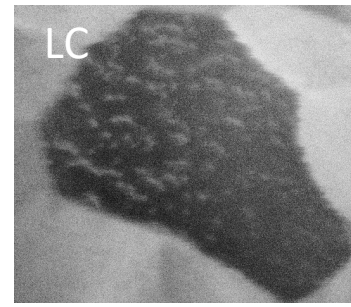
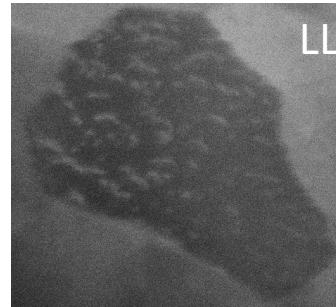
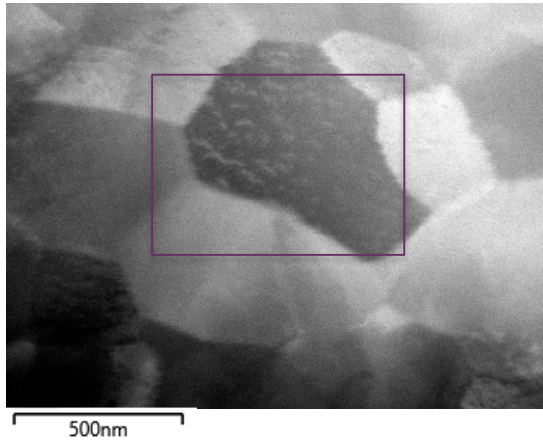


Influence de la position de la diode

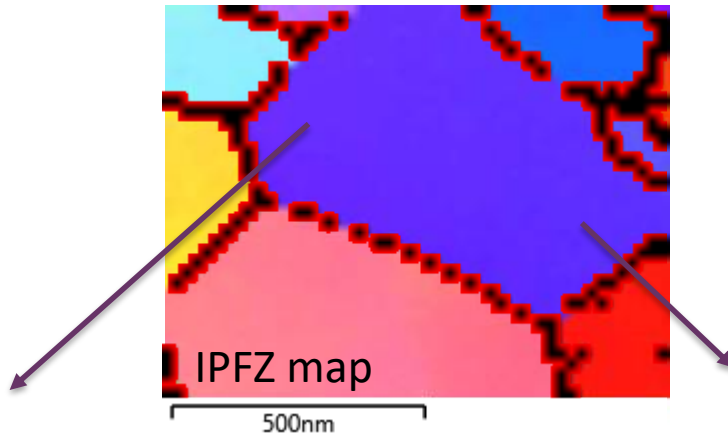
S.I. Wright et al. / Ultramicroscopy 148 (2015) 132–145



Visualisation des dislocations

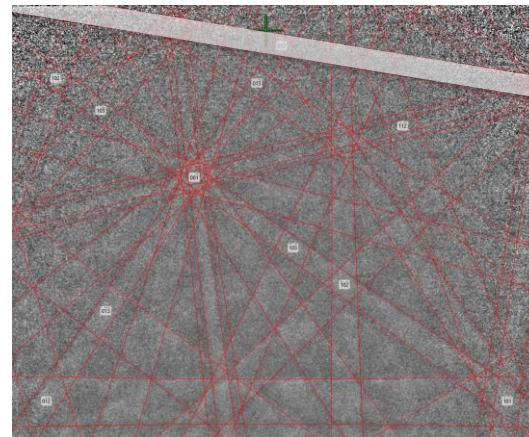
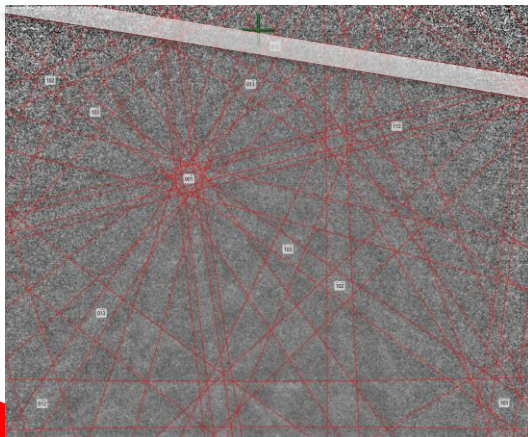


Contraste des dislocations peu dépendant de la diode choisie



- Avantage :
Orientation du grain et
l'imagerie simultanément

Relation entre
orientation du grain
et contraste observé?



Conclusions et perspectives

Le MEB (le tSEM) est complémentaire du MET pour les applications métallurgiques

- Observation de grains jusqu'à quelques dizaines de nm
- Observations des défauts (fautes d'empilement, dislocations)
- Possibilité de couplage EBSD/EDX
- Facile d'utilisation

Limitations

- Impossible d'imager des objets $< 10\text{nm}$
- Attention à la contamination /dérive

Perspectives

→ Mieux comprendre les trajectoires électroniques, pour mieux comprendre la formation des images en mode STEM

Remerciements



A. Bogner , D. Acevedo, T. Epicier, M. Perez, G. Thollet

A. Malchere, K. Masenelli

T. Douillard, C. Langlois, C. Lafond, G. L'hote, B. Lesaint, P. Steyer

Des questions?