

50376
1960
52

U N I V E R S I T E D E L I L L E
F A C U L T E D E S S C I E N C E S

50376
1960
52

D I P L O M E D ' E T U D E S S U P E R I E U R E S
D E S C I E N C E S P H Y S I Q U E S

C O N S T R U C T I O N D ' U N D I F F R A C T O G R A P H E E L E C T R O N I Q U E
A F O C A L I S A T I O N E L E C T R O S T A T I Q U E



Membres du Jury : Monsieur ROIG, Président
Monsieur BROCHARD
Monsieur ARNAL

S O U T E N U à L I L L E , L E 22 F E V R I E R 1960
p a r Thèrèse KEDZIORA

7

Ce travail a consisté en la conception d'un
appareil d'optique électronique, aussi bien
dans la détermination de son optique,
que dans sa réalisation mécanique.

Il a été effectué à l'Institut de Physique
de Lille, sous la direction de Monsieur ARNAL. Il m'est
particulièrement agréable de lui exprimer, ici, toute
ma reconnaissance.

L'appareil comprend :

1) Un générateur de haute tension continue, stabilisée, dont la réalisation a été confiée à Monsieur CARPENTIER. Les performances de ce générateur sont les suivantes :

Tension de sortie 18 à 30 kV.

Pour une variation des secteurs de 5%, la variation $\Delta v_s < \frac{1}{80}$ de v_s soit 390 V.

Consommation sur secteur 300 W.

2) Un groupe de pompage constitué par une pompe mécanique rotative préliminaire, suivie d'une pompe secondaire à diffusion d'huile. Celle-ci permet l'obtention d'un vide élevé de l'ordre de $5 \cdot 10^{-6}$ mm de Hg ; son débit est de 100 l par seconde à 10^{-5} mm de Hg. Le vide est évalué grossièrement grâce à l'aspect d'un tube à décharge en verre aux bornes duquel on applique une tension alternative de 15.000 volts. Il donne des indications entre 1 et 0,01 mm de Hg. Pour des pressions inférieures, la décharge disparaît. Ce procédé de contrôle est principalement employé pour juger si le vide préparatoire est suffisant et si la pompe à diffusion peut être mise en route sans inconvénient. La couleur de la décharge, dépendant de la nature du gaz, a été utilisée pour déceler les fuites : on enduit la pièce douteuse d'alcool qui pénètre dans l'appareil, si la pièce fuit, et produit des lueurs bleutées.

3) L'appareil proprement dit.

I - PRINCIPE DE L'APPAREIL

L'appareil consiste en l'association d'un microscope à émission et d'un diffractographe à réflexion. Le faisceau d'électrons du diffractographe tombant sous incidence presque rasante sur une surface métallique donne :

des électrons diffusés élastiquement sans perte d'énergie qui fournissent un diagramme de diffraction (ici, les lignes de Kikuchi) ;

des électrons secondaires à vitesse initiale presque nulle.

Ces électrons sont pris par l'optique d'un objectif à immersion dont la cathode est constituée par le spécimen.

On obtient ainsi, d'une façon continue et en même temps que le diagramme de diffraction, une information sur la surface de diffraction. Surface que l'on rend la plus petite possible en utilisant une sonde électronique et dont on connaît exactement l'étendue, puisqu'on en observe une image agrandie. En même temps, on provoque une émission chaude de la surface métallique. Le même objectif à immersion en donne une image agrandie, d'où la possibilité de pouvoir choisir le point de diffraction sur la surface.

II - INTENSITE THEORIQUE MAXIMUM DE LA SONDE

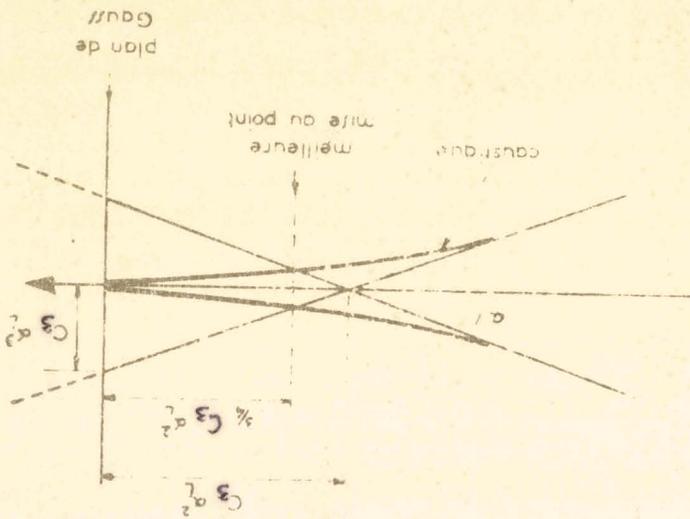
Le système optique du diffractographe a pour fonction de créer une sonde électronique :

- .de très faible diamètre pour une localisation poussée de l'analyse,
- .et d'une intensité maximum pour une bonne qualité du diagramme de diffraction.

La réduction du diamètre entraîne un accroissement considérable de l'ouverture angulaire du faisceau émergent. Des diaphragmes convenablement placés doivent éliminer les électrons trop déviés ; une diminution notable de l'intensité en résulte, d'où la nécessité d'employer un canon à débit important (canon de Bricka-Bruck).

D'autre part, les lentilles utilisées ne sont pas parfaites. Nous les supposerons corrigées de tous les défauts autres que l'aberration de sphéricité irréductible dans les lentilles courantes : elles sont alors plus convergentes pour les rayons marginaux que pour les rayons voisins de l'axe (Fig. 1). Dans ces conditions, le diamètre réel de

- Fig 1 -



l'image fournie par une lentille est la somme de son diamètre gaussien et du diamètre de la tache de confusion résultant de l'aberration de sphéricité, soit :

$$d = d_0 + 2 C_3 \alpha_i^3$$

d_0 étant le diamètre gaussien

C_3 la constante d'aberration

α_i la demi-ouverture du faisceau formant l'image.

Soit β la brillance de l'image. Si la lentille était parfaite, une sonde de diamètre gaussien d_0 formée par un faisceau de demi-ouverture α_i aurait un diamètre réel d_0 et transporterait une intensité électronique :

$$i = \frac{\pi d_0^2}{4} \pi \beta \alpha_i^2$$

L'aberration de sphéricité de la lentille réductrice ne modifie en rien l'intensité correspondant au diamètre gaussien d_0 mais étale cette intensité sur un diamètre réel :

$$d = d_0 + 2 C_3 \alpha_i^3$$

On obtient, par suite, sur une sonde de diamètre réel d , une intensité électronique :

$$i = \frac{\pi}{4} (d - 2 C_3 \alpha_i^3)^2 \pi \beta \alpha_i^2$$

Cherchons pour quelle valeur de α_i l'intensité électronique présente une valeur maximum.

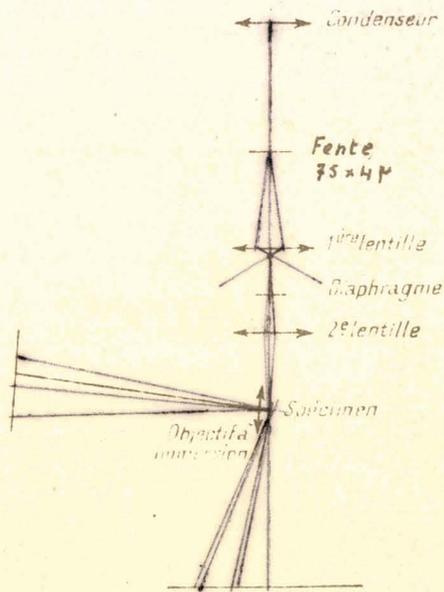
La dérivée s'annule pour :

$$\alpha_i = \left(\frac{d}{2 C_3} \right)^{1/3}$$

c'est-à-dire pour une ouverture telle que le diamètre de la tache de confusion soit égal au quart du diamètre réel de la sonde.

Nous voyons ainsi que si l'on dispose d'une lentille ne présentant que l'aberration de sphéricité et si l'on veut former avec cette lentille une image de diamètre réel d et transportant l'intensité maximum, le diamètre gaussien de l'image doit être réglé à la valeur $\frac{3d}{4}$, ceci quelle que soit la valeur de C_3 , puis l'ouverture de la lentille limitée à une valeur telle que le diamètre de la tache de confusion soit $\frac{d}{4}$. Ce sont ces considérations théoriques qui nous ont guidé dans la détermination de l'optique du diffractographe.

Principe de l'appareil



III - OPTIQUE DU DIFFRACTOGRAPHE

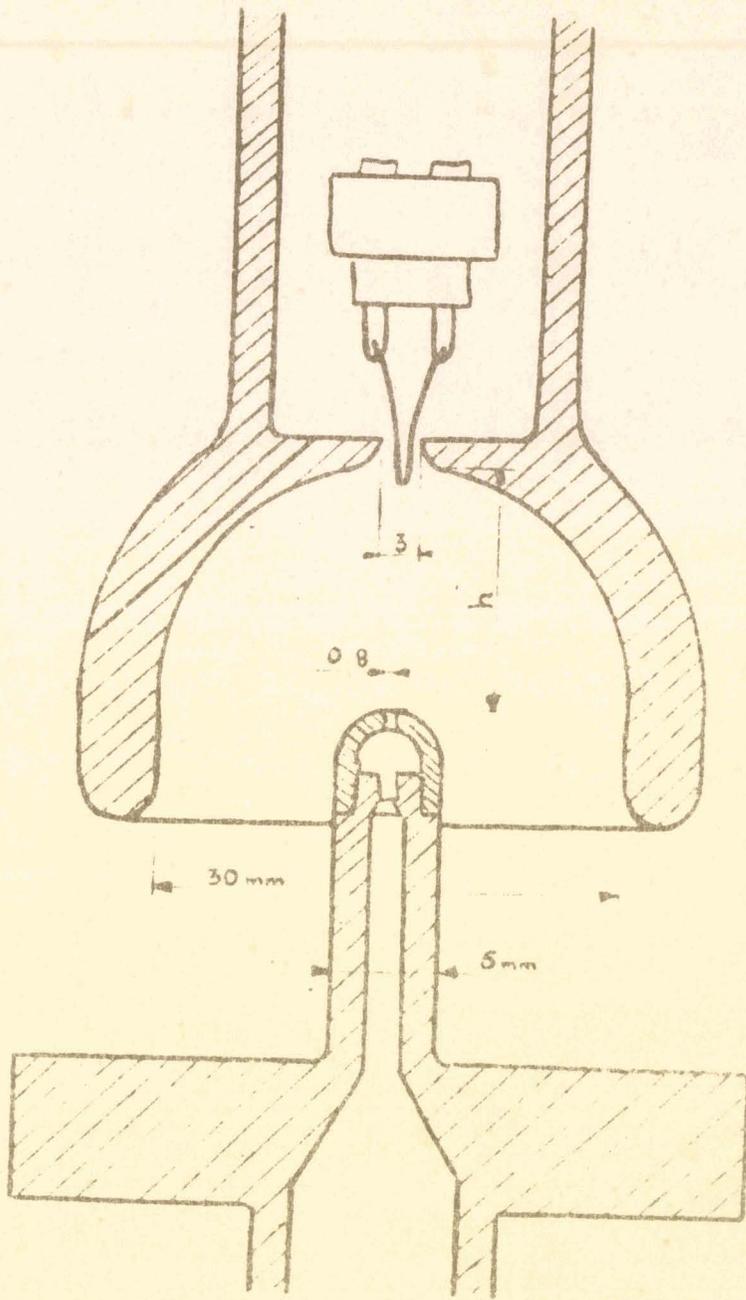
Elle est électrostatique et comporte un diaphragme D de 75μ qui sert d'objet à une lentille réductrice L_1 . Une autre lentille L_2 reporte cette image réduite sur le spécimen avec un grandissement unité. Un diaphragme précède la lentille L_2 , ramenant la demi ouverture à $1,2 \cdot 10^{-3}$ radian valeur optimum pour l'observation du diagramme de Kikuchi.

Le diaphragme D est éclairé par un canon à électrons de Bricka-Bruck, suivi d'un condenseur (Fig. 2).

A - CANON A ELECTRONS

La Fig. 3 indique le schéma du canon utilisé.

La source est un filament de tungstène de 0,1 mm de diamètre environ, plié en V et porté par effet Joule à 2.700°K . Il est entouré par un Whenelt, électrode munie d'une ouverture circulaire de 3 mm, centrée sur la pointe du filament. La tension d'accélération des électrons



DU
VILLE

- fig 3 -

est appliquée entre le filament et l'anode connectée à la masse. Une faible différence de potentiel (environ 1/100 de la tension totale est appliquée entre filament et Whenelt). Le diamètre de l'ouverture de l'anode est de 0,8 mm. La particularité essentielle de ce canon est son champ de concentration situé entre le Whenelt et l'anode permettant ainsi de focaliser les électrons issus de la pointe du filament bien que celle-ci pénètre très avant dans le champ d'environ 1 mm au-delà du Whenelt. La forme concave du Whenelt qui constitue l'électrode négative est favorable à la rigidité diélectrique et diminue les dangers de claquage du canon. La position dégagée de la pointe du filament rend son centrage peu critique.

Ce canon donne un faisceau très délié d'ouverture $\alpha_0 = 10^{-2}$ radians concentré en un cross over très fin de 1/10 mm situé à 10 mm au-dessus de l'anode (Fig. 4).

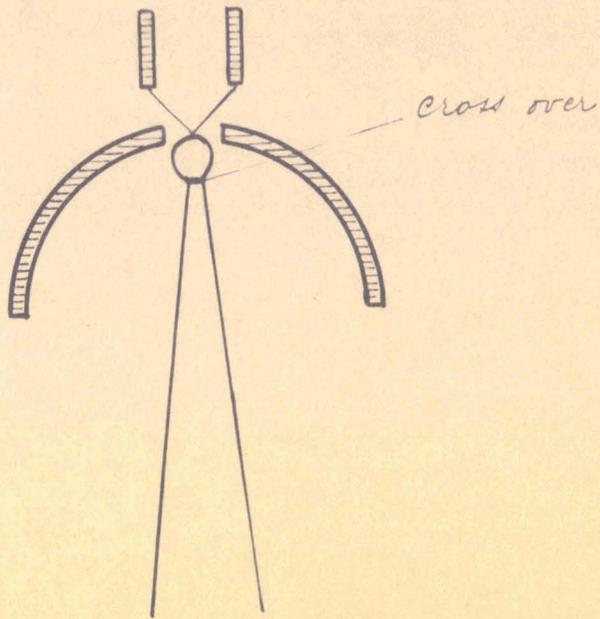
C'est l'image réduite de ce cross over qui constitue la sonde électronique.

La qualité primordiale d'un canon est sa brillance électronique

$$\beta = \frac{I}{\pi \alpha_0^2 \cdot \pi r_0^2}$$

C'est un paramètre fondamental qu'aucun dispositif optique (condenseur, lentilles) ne peut faire varier car le produit $\alpha_0 r_0$ est constant d'après la loi de Lagrange-Helmholtz.

On peut évaluer grossièrement la brillance maximum du système d'éclairage en assimilant la pointe à une cathode plane et en appliquant la formule de Langmuir.



Forme du faisceau électronique
issu du canon.

BU
LILLE

- fig 4 -

Si l'on admet que l'émission spécifique i_s du métal est saturée, on trouve à la température T :

$$\beta = \frac{i_0 e V}{\pi k T}$$

$$\beta = i_0 \frac{V}{T} \frac{1,602 \cdot 10^{-19}}{1,38 \cdot 10^{-23} \pi}$$

$$\beta = i_0 \frac{V}{T} 3,7 \cdot 10^3$$

V étant la tension d'accélération des électrons.

$$i_0 = 2 \text{ A/cm}^2$$

Le filament de tungstène est porté à 2.700 K. Placé dans un canon alimenté sous 30 k V, il donne une brillance maximum :

$$\beta = \frac{2 \cdot 3,7 \cdot 10^3 \cdot 30 \cdot 10^3}{2.700}$$

$$\beta = 8,25 \cdot 10^4 \text{ A/cm}^2/\text{stéradian}$$

Mais il s'agit là d'une valeur maximum, obtenue avec un canon à électrons parfait. Pour le canon réel utilisé, ce chiffre doit être affecté d'un coefficient représentant le rendement. Les mesures de Bricka montrent que ce rendement atteint une valeur maximum égale à 7 % pour $h = 17 \text{ mm}$, h étant la distance anode-Whenelt.

Dans ces conditions, la brillance du cross over est :

$$\beta = 5,7 \cdot 10^3 \text{ A/cm}^2/\text{stéradian}$$

Les images successives du cross over fournies par les lentilles réductrices se forment ensuite dans des milieux de potentiel constant de sorte que la brillance est conservée.

B - LENTILLES ELECTROSTATIQUES

(a) Nous avons vu que la sonde est obtenue par réduction du cross over ; ceci au moyen d'un système de lentilles électrostatiques à 3 électrodes.

Pour déterminer les éléments cardinaux de ces lentilles, nous avons utilisé les résultats trouvés expérimentalement par Lippert et Pohlit. Rappelons, ici, quelques uns de ces résultats, que nous présenterons comme Lippert et Pahlit, en fonction de divers paramètres, pour en rendre l'interprétation plus aisée.

La lentille électrostatique indépendante formée de 3 électrodes a été, jusqu'à présent, utilisée sous la forme symétrique. Pour éviter des champs élevés, les bords des trous doivent être arrondis et la lentille est définie géométriquement par un nombre assez élevé de paramètres.

(Fig. 5):

h : hauteur de la lentille,

d : épaisseur de l'électrode centrale,

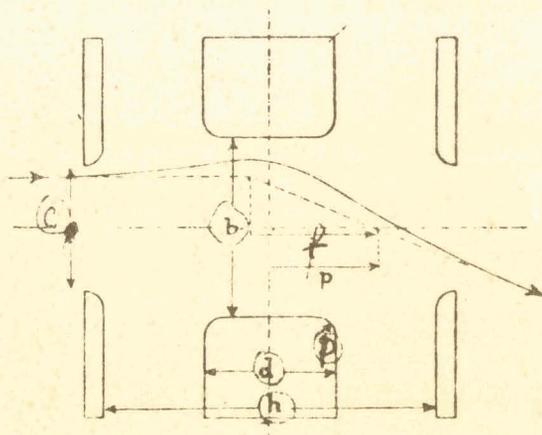
b : diamètre du trou de l'électrode centrale,

c : diamètre des trous des électrodes externes,

ρ : rayon de courbure des bords.

On montre que l'influence du diamètre (c) des trous des électrodes extrêmes est très faible (du moins tant que (c) reste petit). En effet, on peut voir qualitativement que les électrons traversent ces trous avec une grande vitesse et l'influence des électrodes extrêmes

*Lentille electrostatique
à 3 electrodes*



peut être estimée de la manière suivante : pour un rayon voisin de l'axe dans une lentille, on a :

$$\Delta\phi(z) \cdot r'(z) = -\frac{1}{4} \frac{\Delta\phi'}{\sqrt{\phi(z)}} \cdot r(z)$$

où $\phi(z)$ est le potentiel sur l'axe

et $r(z)$ la trajectoire électronique.

On se représente maintenant les électrodes externes d'abord avec un très petit trou : la courbe du potentiel sur l'axe a un coude à l'aplomb des électrodes extrêmes. Un alésage plus grand va arrondir ce coude. On peut poser $\phi(z)$ sensiblement constant à l'aplomb de l'arrondi pour un petit trou, ainsi que $r(z) = \text{Cte.}$

D'où $\Delta r' \approx \frac{r}{4\phi} \Delta\phi$, ce qui signifie qu'un petit trou provoque un changement de la direction de la trajectoire dont l'importance est indépendante de la grosseur du trou.

L'influence du rayon de courbure n'est pas non plus à considérer. Il est intéressant de fixer ρ par rapport à h . Dans notre cas, $\frac{\rho}{h} = h M 7$. Il reste donc les variables essentielles b , d et h .

Il apparaît maintenant que toutes ces longueurs se laissent représenter par rapport à un seul paramètre géométrique (on a choisi la hauteur h de la lentille). Si bien qu'il reste 2 paramètres indépendants :

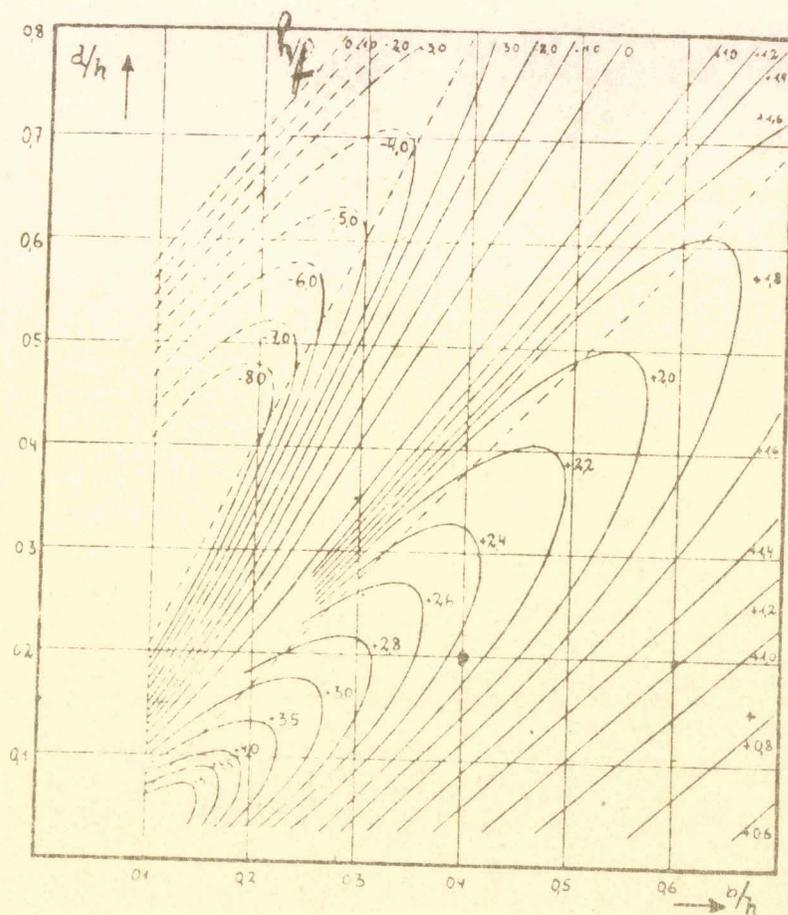
$$\frac{b}{h} \text{ et } \frac{d}{h}$$

La dépendance de la distance focale f et de la position du foyer p en fonction de ces 2 paramètres est représentée sur les abaques des Fig. 6 et 7.

Fig. 6 : les courbes données représentent $\frac{h}{f}$ en fonction de

$$\frac{b}{h} \text{ et de } \frac{d}{h}.$$

Courbes de Sippert et Sahlit



Courbes de Sippert et Pohlitz

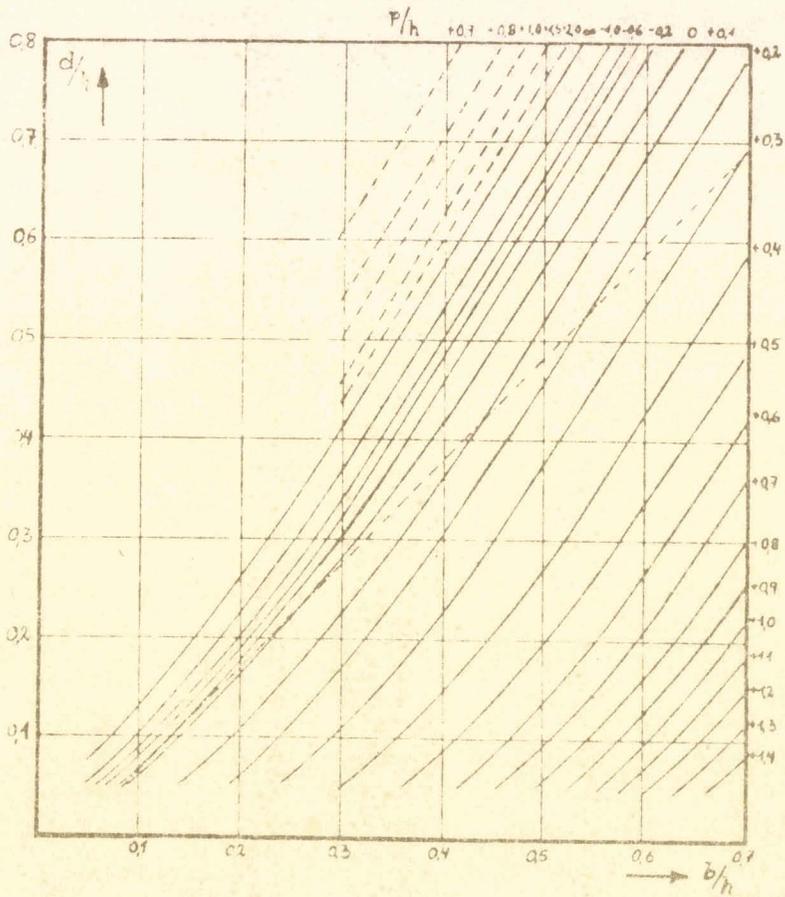


Fig. 7 : courbes donnant la position du foyer en fonction de

$$\frac{b}{h} \text{ et } \frac{d}{h} .$$

(b) Détermination des éléments cardinaux des lentilles et calcul du diamètre de la sonde.

a) Condenseur

Il doit former l'image du cross over sur le diaphragme D de diamètre 75μ . La diamètre gaussien de l'image qu'il fournit doit donc être réglé à la valeur de $56,25 \mu$.

$$\frac{i}{o} = \frac{56,25}{100} = \frac{9}{16}$$

Or, la distance image-objet est fixée par construction à 226 mm.

$$p' + p = 226$$

$$\frac{p'}{p} = \frac{9}{16}$$

d'où nous tirons :

$$p = 144,5 \text{ mm}$$

$$p' = 81,5 \text{ mm}$$

et la distance focale de la lentille :

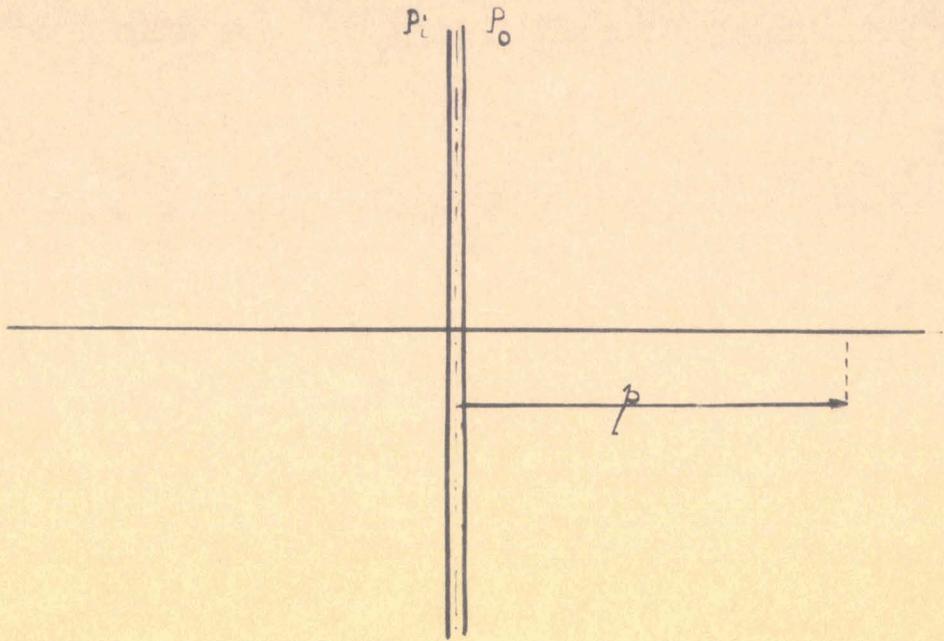
$$\frac{1}{f} = 0,0069 + 0,0124 = 0,0193$$

$$f = 52 \text{ mm}$$

Nous possédons une lentille dont la hauteur est 48 mm. Nous allons modifier l'électrode centrale de façon que :

$$\frac{b}{h} = 0,65 \quad \text{soit } b = 31,2 \text{ mm}$$

$$\frac{d}{h} = 0,15 \quad \text{soit } d = 7,2 \text{ mm}$$



Elements cardinaux du condenseur

- fig 8 -

Dans ces conditions : $\frac{p}{h} = 1,07$ et nous pouvons alors situer plans principaux et foyers du condenseur (Fig. 8).

Pour une telle lentille, la constante d'aberration de sphéricité, qui nous est donnée par les abaques de la Fig. 9, établies par Lipfert et Pohlit, a pour valeur :

$$\frac{C_3}{h} = 30$$

$$\text{soit } C_3 = 1440.$$

Nous en déduisons la demi-ouverture optimum du faisceau dans le milieu image :

$$2 C_3 \alpha_i^3 = 18,75 \cdot 10^{-3}$$

$$\alpha_i^3 = \frac{18,75}{2,88} \cdot 10^{-6}$$

$$\alpha_i = 1,88 \cdot 10^{-2}$$

L'application de la formule de Lagrange-Helmoltz donne finalement la valeur α_o de la demi-ouverture du faisceau dans l'espace objet :

$$\alpha_o \times 100 = 1,88 \cdot 10^{-2} \times 56,25$$

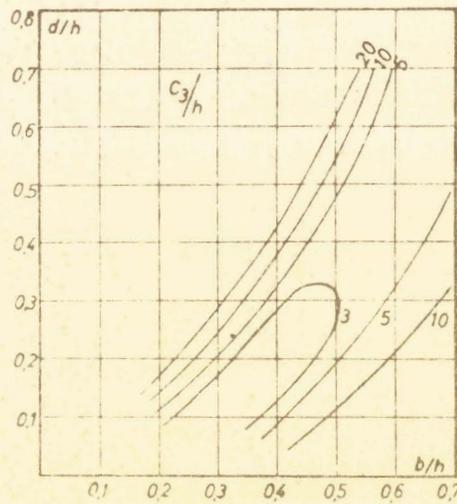
$$\alpha_o = 1,05 \cdot 10^{-2} \neq 10^{-2} \text{ radians.}$$

Or, le canon de Bricka-Bruck utilisé donne un faisceau électronique dont la demi-ouverture est sensiblement égale à 10^{-2} radians. Nous voyons donc qu'il est inutile d'introduire un diaphragme pour limiter l'ouverture du faisceau issu du cross over ; il n'y a donc pas de perte de l'intensité électronique transportée.

β) Lentille réductrice L₁

Le diaphragme D sert maintenant d'objet à une lentille L₁ dont le centre est situé à 110 mm de D et dont les paramètres géométriques sont

Aberration de sphéricité



— fig 9 —

les suivants :

$$b = 3 \text{ mm}$$

$$d = 1,5 \text{ mm}$$

$$h = 7,5 \text{ mm}$$

Nous calculons

$$\frac{b}{h} = 0,4 \qquad \frac{d}{h} = 0,2$$

et nous en déduisons, toujours d'après les abaques de Lippert et Pohlit,

$$f = 3,26 \text{ mm}$$

$$p = 2,4 \text{ mm}$$

d'où la représentation de L_1 (Fig. 10).

L'image que la lentille L_1 donne du diaphragme D est sensiblement située dans son plan focal. Plus précisément :

$$\frac{1}{3,26} = \frac{1}{110} + \frac{1}{p'}$$

$$0,306 = 0,009 + \frac{1}{p'}$$

$$p' = 3,43 \text{ mm.}$$

Calculons la taille de l'image gaussienne :

$$\frac{i}{o} = \frac{3,43}{110}$$

$$i = 2,35 \text{ .}$$

Nous lisons, sur la Fig. 9, $\frac{C_3}{h} = 2$, soit $C_3 = 15$.

Nous placerons un diaphragme de façon que l'ouverture du faisceau à la sortie de la lentille L_1 soit α_1 et que l'on ait :

$$2 C_3 \alpha_1^3 = \frac{2,35 \cdot 10^{-3}}{3}$$

$$\alpha_1^3 = \frac{2,35}{90} \cdot 10^{-3} = 0,026 \cdot 10^{-3}$$

$$\alpha_1 \neq 3 \cdot 10^{-2} \text{ radians.}$$

La taille de l'image réelle que donne L_1 est donc :

$$d = \frac{2,35 \times 4}{3} = 3,15 \mu$$

et la demi-ouverture du faisceau tombant sur cette première lentille réductrice est :

$$\alpha_0 \times 75 = 3 \cdot 10^{-2} \times 2,35$$

$$\alpha_0 = 0,094 \cdot 10^{-2}$$

$$\alpha_0 \neq 10^{-3}$$

Nous limiterons l'ouverture du faisceau tombant sur L_1 à la valeur $2 \cdot 10^{-3}$ radians, en plaçant un diaphragme d_1 à 53 mm en avant de L_1 , c'est-à-dire à 57 mm du diaphragme D.

Son diamètre a pour valeur :

$$2 \times 57,9,4 \cdot 10^{-4} = 1071,6 \cdot 10^{-4} \neq 11 \cdot 10^{-2} \text{ mm}$$

λ) Lentille réductrice L_2

Une deuxième lentille L_2 reporte enfin l'image de $3,15 \mu$ sur le spécimen situé à 260 mm du diaphragme D, avec un grandissement sensiblement égal à

$$p + p' = 2 p' = 260 \cdot 113,4 = 146,6 \text{ mm}$$

$$p = 73,2 \text{ mm}$$

ce qui indique la position de la lentille L_2 .

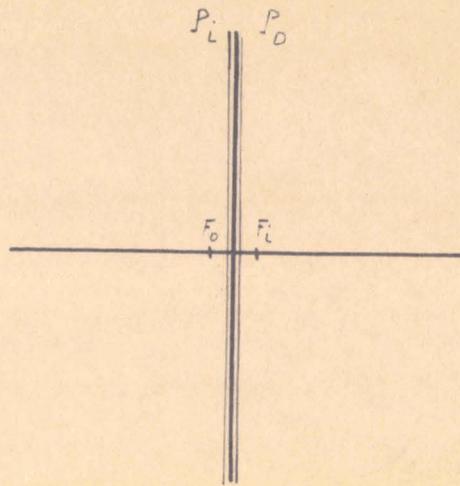
Calculons sa distance focale :

$$\frac{1}{f} = \frac{2}{73,2}$$

$$f = 36,6 \text{ mm}$$

Nous possédons une lentille dont la hauteur est $h = 43 \text{ mm}$. Modifions les dimensions de l'électrode centrale afin d'avoir pour distance focale la valeur calculée.

Lentille L_1



- fig 10 -

Lentille L_2

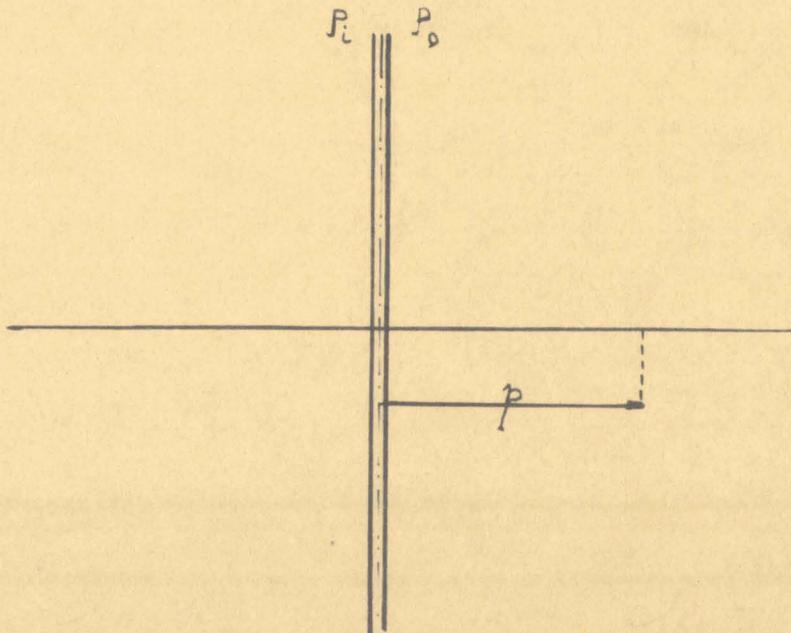


fig 11

$$\frac{h}{f} = \frac{43}{36,6} = 1,17$$

Nous pouvons prendre :

$$\frac{b}{h} = 0,62 \text{ soit } b = 26 \text{ mm}$$

$$\frac{d}{h} = 0,18 \text{ soit } d = 7,7 \text{ mm}$$

dans ces conditions :

$$\frac{p}{h} = 0,82$$

$$p = 35,2 \text{ mm}$$

et la lentille L_2 admet la représentation de la Fig. 11.

Nous avons vu que pour l'observation du diagramme de Kikuchi, la demi-ouverture optimum du faisceau tombant sur le spécimen est $n = 1,21 \cdot 10^{-3}$ radian.

Un diaphragme placé à 32 mm du centre de la lentille L_2 permet de limiter l'ouverture à cette valeur. Son diamètre est :

$$2 \times 41 \times 1,2 \cdot 10^{-3}$$

$$\text{soit } 90 \mu.$$

Cette dernière lentille travaille à ouverture suffisamment faible, aussi son aberration de sphéricité n'est-elle pas à considérer.

Le système optique que nous venons de déterminer fournit une sonde dont le diamètre sur un spécimen perpendiculaire au faisceau est environ de 3μ .

(c) Calculons maintenant l'intensité électronique transportée par une telle sonde.

Nous savons qu'en admettant pour rendement la valeur de 7 %, la brillance du cross over fourni par le canon de Bricka-Bruck est $\beta = 5,7 \cdot 10^3$ A/cm²/stéradians.

Nous avons vu que la brillance de la sonde est encore égale à β . Elle est formée par un faisceau de demi-ouverture $1,2 \cdot 10^{-3}$ radians ; son diamètre gaussien est $d = 2,35 \mu$; elle transporte donc l'intensité électronique :

$$i = \frac{\pi d^2}{4} \pi \beta u^2$$

$$i = \pi^2 \cdot \frac{2,35}{4} \cdot 10^{-8} \cdot 5,7 \cdot 10^3 \times 1,2^2 \cdot 10^{-6}$$

$$i \neq 10^{-9} \text{ A.}$$

Nous avons, jusqu'à présent, considéré que le faisceau est focalisé sur l'objet. Or, l'expérience montre que la taille du spot sur le spécimen peut être considérablement réduite quand le diaphragme D a une forme rectangulaire. C'est pour cette raison que nous utilisons une fente de dimensions :

$$75 \times 4 \mu.$$

L'intensité transportée par la sonde électronique se trouve donc multipliée par un facteur égal à :

$$\frac{75 \cdot 4 \cdot 4}{\pi \cdot 75^2} \neq \frac{1}{15}$$

et atteint la valeur de

$$7 \cdot 10^{-11} \text{ A.}$$

Mais, en même temps, la surface analysée sous incidence presque rasante est multipliée par un facteur bien plus petit.

IV - C O N C L U S I O N

Cet appareil améliore la technique de diffraction électronique par réflexion, en diminuant considérablement la surface analysée. Une de ses particularités est de fournir aisément les lignes de Kikuchi que l'on enregistre sur une caméra placée à 16 cm de l'objet et dont la fenêtre est un carré de : 4 x 4 cm.

Ces lignes de Kikuchi servent à déterminer la structure des cristaux et à vérifier le fini d'une surface. Elles sont d'autant plus précieuses qu'il est extrêmement rare de les obtenir avec des spécimens métalliques dans les techniques classiques.

*
**

B I B L I O G R A P H I E

- LEBLANC M. La technique du vide.
- DUPOUY G. Eléments d'optique électronique.
- BRICKA A. - BRUCK H.
 Sur un nouveau canon électronique pour tubes à haute
 tension.
- GRIVET P. Optique électronique.
- CASTAING R. Thèse de Doctorat, Paris, 1951.

^{}*

Imprimerie Coopérative de l'A.G.E.L.
49, rue de Valmy - LILLE

100996604