

A. BOURRET et J. DESSEAUX

Departement de Recherche Fondamentale, Section de Physique du Solide  
CEN.Grenoble, BP 85 Centre de Tri, 38041 Grenoble Cedex, France

De très nombreux auteurs ont souligné l'intérêt de la haute tension pour améliorer la résolution [1] [2] [3]. Cependant de nombreuses difficultés expérimentales ont jusqu'ici empêché d'atteindre la résolution limite à 1 MeV qui se situe autour de 1 Å pour des objectifs classiques. Ainsi le contraste de phase à 1 MeV n'a pas été étudié sur les objets évaporés. Par contre les franges de plans cristallins ont été observées à 1 MeV [4] [12]. D'importantes modifications ayant été apportées au microscope du CEN-G [5] [6], il a été possible d'observer le contraste de phase d'objets amorphes ou cristallins.

### I. CONDITIONS EXPERIMENTALES

La lentille objectif présente les caractéristiques suivantes :

- $C_S = 4.22 \text{ mm}$  (coef. d'aberration de sphéricité),
- $C_{Ci} = 6.8 \text{ mm}$  (coef. d'aberration chromatique pour des variations de courant),
- $C_{Cv} = 7.4 \text{ mm}$  (coef. d'aberration chromatique pour des variations de tension).

La lentille objectif étant partiellement saturée, on remarquera que  $2C_{Cv}$  est très différent de  $C_{Ci}$ .

Les clichés sont pris au grossissement direct de 400.000 avec des temps de pose de 4 à 8 secondes. L'étalonnage du grossissement est effectué à partir des images de plans cristallins (200) de l'or. La demi ouverture du faisceau utilisée est de  $8 \cdot 10^{-4}$ . Les instabilités de tension et de courant cumulées sont de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-6}$  (ces instabilités ont été récemment diminuées jusqu'à  $3 \cdot 10^{-6}$ ).

### II. LAMES MINCES AMORPHES

Nous avons utilisé des lames de carbone d'épaisseur  $\sim 200 \text{ Å}$ . La fig. 1 montre une série focale d'une telle lame pour des défocalisations négatives (sous focalisation). Les diffractogrammes correspondants laissent apparaître un seul anneau, et pour les défocalisation - 600 Å et - 900 Å la non symétrie indique un astigmatisme encore important (ce dernier est très difficile à corriger à l'œil sur l'écran). La plus petite distance transmise est de 3 Å comme l'indique le diffractogramme à  $\Delta z = - 600 \text{ Å}$ .

Ainsi ces diffractogrammes montrent que les variations de phase sont responsables du contraste de phase des objets faibles à cette tension. Cependant le contraste observé est assez faible, la limite observée est éloignée de la limite théorique du microscope (1.2 Å) et il y a une seule bande de fréquence visible sur le diffractogramme.

Ceci s'explique aisément si l'on tient compte des fluctuations électriques (haute tension et courant objectif), de la divergence du faisceau et de la décroissance aux grands angles du facteur de structure de l'échantillon.

En effet nous avons calculé dans ces conditions les profils d'intensité des diffractogrammes d'une lame mince de carbone pour diverses défocalisations (fig. 2). L'intensité d'un diffractogramme pour un faisceau parallèle et sans instabilité est donnée par :

$$I(g) \sim f^2(g) \sin^2 \frac{2\pi}{\lambda} C_S g^4 \frac{\lambda^4}{4} + \Delta z g^2 \frac{\lambda^2}{2}$$

où  $g = \frac{1}{d}$   $d$  : distance dans l'objet

$\Delta z$  : défocalisation

$f(g)$  : facteur de structure de l'élément considéré

Carbone 1 Mev

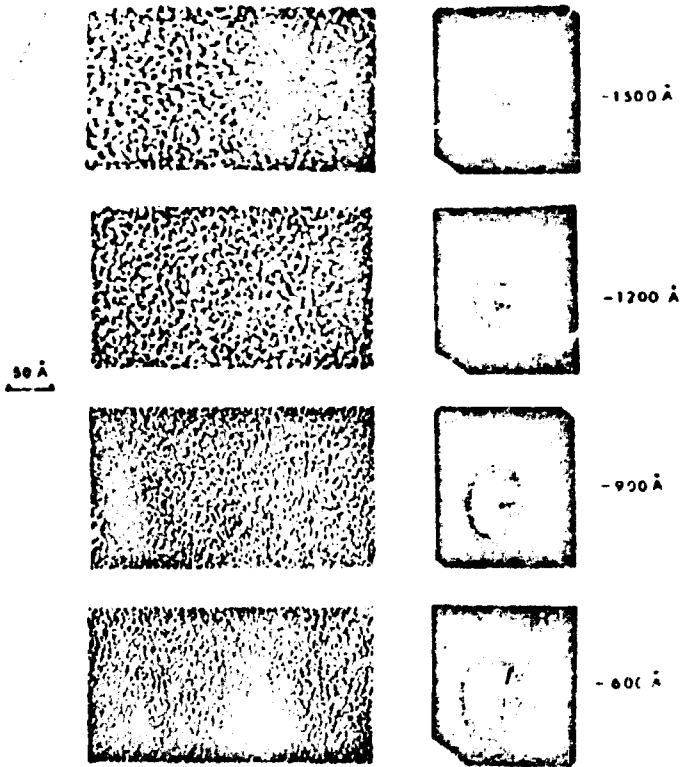


Fig. 1  
Série focale sur une membrane  
de carbone et diffractogrammes  
laser correspondant  
E = 1 MeV

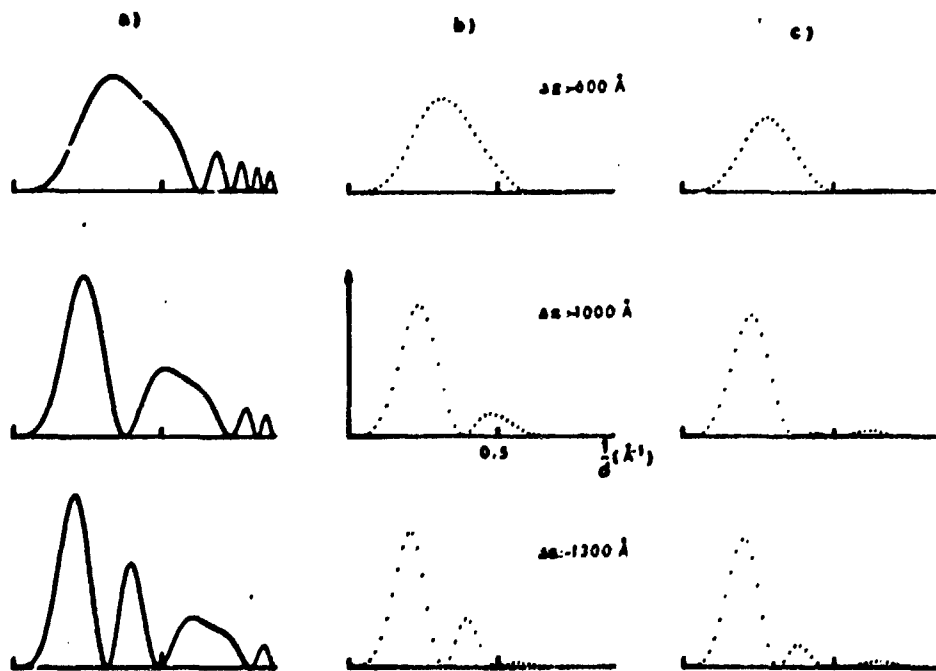


Fig. 2

Profils calculés du diffractogramme d'un objet amorphe de carbone à 1 MeV

- a) faisceau parallèle
- b) faisceau divergent : 1/2 ouverture  $8 \cdot 10^{-4}$  rd et instabilité  $\frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta I}{I} = 3 \cdot 10^{-6}$
- c) faisceau divergent : 1/2 ouverture  $8 \cdot 10^{-4}$  rd et instabilité  $\frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta I}{I} = 5 \cdot 10^{-6}$

Pour tenir compte de l'ouverture du faisceau, nous avons utilisé la méthode de Maszen et Trepte [8]. Les instabilités électriques sont introduites par la fonction multiplicatrice  $J_0^2(\pi g^2 \Delta z)$  quand la focalisation varie de manière sinusoïdale avec une amplitude  $\pm \Delta z$  [7].

Les profils calculés (fig.2b et 2c) montrent que pour des instabilités  $\frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta I}{I}$  de  $3 \cdot 10^{-6}$  et  $5 \cdot 10^{-6}$ , les distances limites détectables par diffractogramme  $V$   $I$  sont respectivement de 1.8 Å et 2.5 Å. Ainsi comme nous l'avons observé pour une stabilisation de  $5 \cdot 10^{-6}$  les anneaux du deuxième ordre sont pratiquement inobservables.

Les dernières améliorations apportées à l'appareil (stabilisation de  $3 \cdot 10^{-6}$ ) devraient permettre d'atteindre 1.8 Å de résolution. Nous voyons ainsi l'importance primordiale de l'aberration chromatique comme facteur limitant la résolution à 1 MeV.

### III. OBJETS CRISTALLINS : IMAGE DE PLANS RETICULAIRES

Nous avons utilisé des membranes minces d'or (épaisseur 70 Å) pour étudier les images de plans cristallins en interférence multiple à 3 ou 5 faisceaux [9]. Ces images sont obtenues sans inclinaison de faisceau. La fig.3 a été obtenue par interférence à 3 faisceaux sur les plans (111) de l'or  $d = 2.36$  Å. La fig.4 est une image filtrée sur banc optique montrant les deux familles<sup>m</sup> de plans perpendiculaires (010) et (100) d'une lame d'or : elle résulte d'une interférence à 5 faisceaux. La présence des plans réticulaires  $d = 2.04$  Å, a été contrôlée par diffraction optique. Ces images n'ont pas encore la qualité des images obtenues à 100 KeV mais elles présentent néanmoins l'avantage d'être obtenues sans inclinaison du faisceau, donc plus directement interprétables.



Fig.3 Image de plans réticulaires (111) d'or (2.36 Å) obtenue par interférence de 3 faisceaux

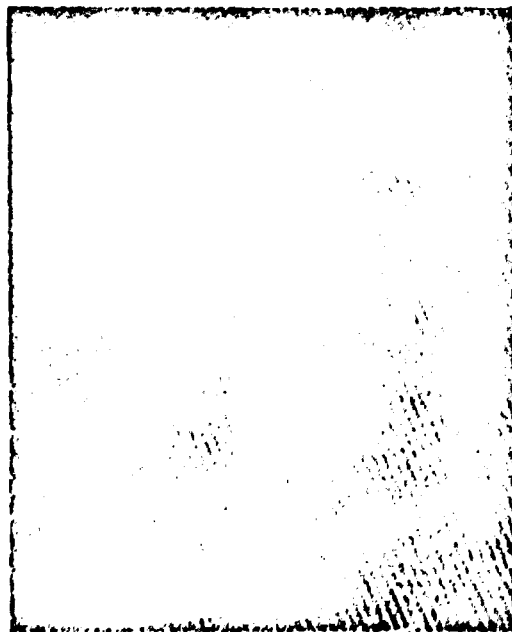


Fig.4 Image de colonne atomique 100 d'or ( $d_{200} = 2.04$  Å) obtenue par interférence 5 faisceaux. Pour augmenter les contrastes, cette image a été filtrée sur banc optique.

L'influence des instabilités sur les profils de franges de plan a été calculée par Komoda [10]. En particulier la composante de l'intensité correspondant à la distance réticulaire  $d_{hkl}$  est multipliée par un facteur identique à celui de l'objet de phase faible où

$$g = \frac{1}{d_{hkl}}$$

soit pour  $d_{hkl} = 2.04 \text{ \AA}$

$$\text{et } \frac{\Delta U}{U} + \frac{\Delta I}{I} = 5.10^{-6} \text{ un facteur}$$

d'atténuation des franges de 0.06. Ceci explique donc bien le faible contraste des franges (200) de l'or. Il faut remarquer cependant qu'avec la nouvelle stabilisation ( $3.10^{-6}$ ), cet affaiblissement serait ramené à 0.6.

#### IV. CONCLUSION

Ainsi la résolution pratique obtenue à 1 MeV est de 3 Å point par point et nous espérons prochainement porter cette résolution à 2 Å point par point. Le principal obstacle à une amélioration plus nette reste la présence des fluctuations électriques. Il sera difficile de les diminuer sans utiliser des technologies nouvelles. La voie la plus prometteuse reste l'emploi d'un objectif supraconducteur. Celui-ci présente en effet deux avantages : il permettrait d'obtenir des coefficients d'aberration chromatique 2 ou 3 fois plus faible [11] et supprimerait les instabilités de courant.

#### Remerciements

Les auteurs remercient particulièrement C. Bouvier qui a mené à bien la construction de la platine haute résolution et J. Escaron dont l'aide technique au microscope électronique s'est avérée indispensable.

#### REFERENCES

1. DUPOUY G. (1968) *Advanc. opt. Elect. micros.* 2, 167
2. EISENHANDLER C.B. and SIEGEL B.M. (1966) *J. Appl. Phys.* 37, 1613
3. RIECKE W.D. (1971) *Phil. Trans. Roy. Soc. Lond. B* 261, 15
4. GORINGE M.J. and RAY J.L.F. (1973) *High Voltage Elect. Micr., Proc. 3rd Int. Conf. Oxford*, Academic Press.
5. BERAL F. et CORTIAL H. (1975), cette conférence
6. LOPEZ J.J. (1975), cette conférence
7. HANSZEN K.L. *Adv. Opt. Elect. Micros.* 4, 1
8. HANSZEN K.L. and TREPTE L. (1971) *Optik*, 32, 519
9. BOURRET A. and DESSEAUX J. (1975) *Acta Cryst. A* 31 (à paraître)
10. KOMODA T. (1964) *Optik* 21, 93
11. LABERRIGUE A., BERJOT G., BONHOMME P., GENOTAL D., GIRARD N., HOMO J.C., SEVERIN C. (1974) *Electron Microscopy, Vol.1*, 144
12. HORIUCHI S. and MATSUI Y. (1974) *Phil. Mag.* 30, 777.