



UNIVERSITÉ
LAVAL

Faculté des sciences et de génie
Département de physique,
de génie physique et d'optique

Design de l'analyse de micrographies électroniques

Réalisé par
Francis Bernard
Samuel Fortin
Charles-Éric Lafleur
Benjamin Trudel

Dans le cadre du cours
Physique de l'état solide - *PHY-3003*

Travail présenté à
Pr. Claudine Allen

15 mars 2024

Schéma de conception

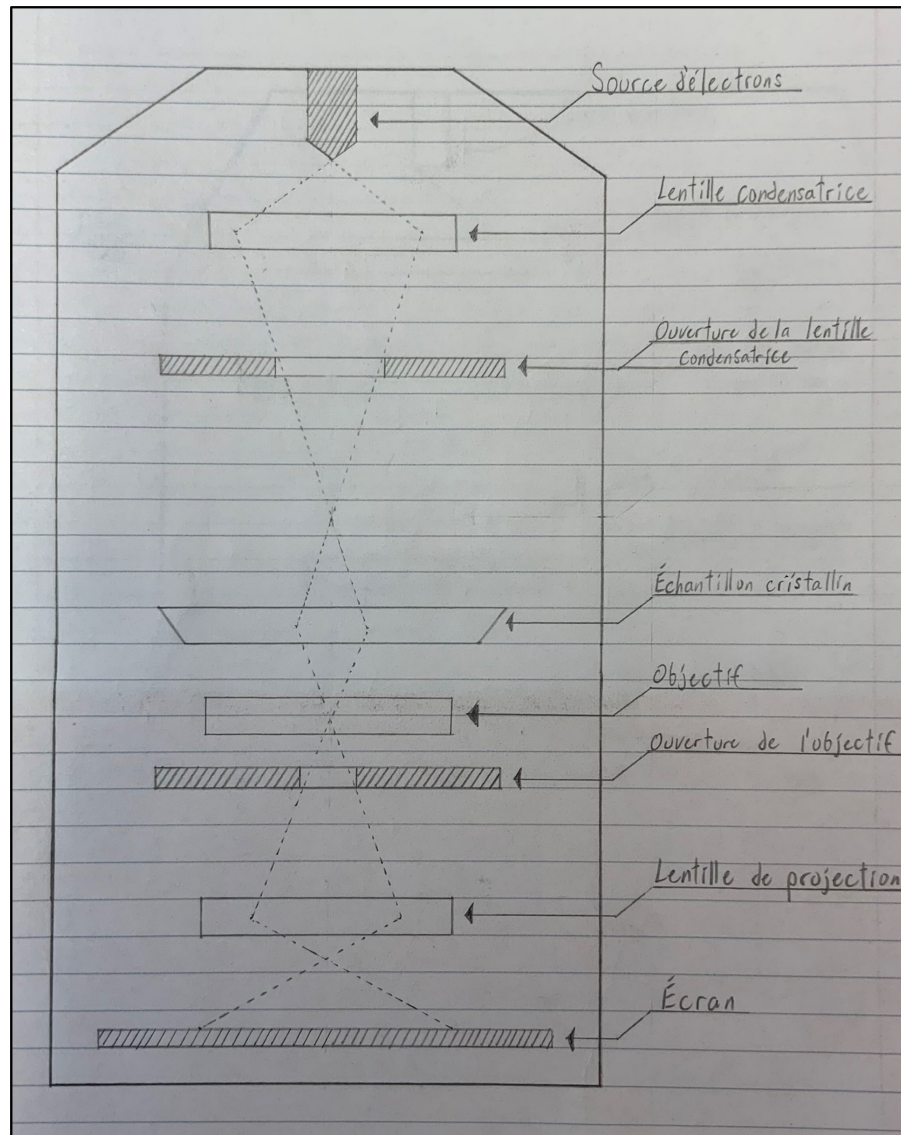


FIGURE 1 – Schéma de conception du microscope électronique à transmission. Les électrons émis par la source sont redirigés par une lentille condensatrice au travers d'une ouverture. Un échantillon cristallin placé après le foyer de la lentille condensatrice permet d'acheminer les particules vers l'objectif du microscope. Celles-ci poursuivent leur chemin au-delà d'une ouverture vers une lentille de projection, qui converge les électrons sur un écran pour obtenir des images.

Protocole

Voici une liste des étapes pour la procédure d'analyse d'images. Un document *Jupyter Notebook* est fourni en pièce jointe à ce protocole dans lequel l'ensemble des étapes ci-dessous y sont présentées avec le code *Python* utilisé, ainsi qu'un exemple de calcul des d_{hkl} avec leur incertitude. Les images à analyser étaient les micrographies 6, 7 et 8, dont les structures dans l'espace réciproque sont présentées respectivement aux Figures 2, 3 et 4 de l'Annexe A. Les distances d_{hkl} mesurées et les indices de Miller associés sont présentés dans l'Annexe B.

1. Importer les images prises par le microscope électronique à transmission.
2. Obtenir la transformée de Fourier de chaque image pour déterminer les différentes orientations et fréquences spatiales des mailles présentes sur ces images.
3. Réduire le bruit de fond avec un filtre "mean" de 1/16 de la taille de l'image pour mieux identifier les pics associés à ces orientations et fréquences.
4. Appliquer un filtre OTSU au résultat précédent pour sélectionner les pics apparents.
5. Retirer les effets de bords apparus lors des deux étapes précédentes.
6. Appliquer un filtre multiple (gaussien + threshold > 0 + supprimer les artéfacts trop petits) pour obtenir des points uniformes aux endroits où sont situés des pics.
7. Déterminer la position de chacun des pics et les diviser en paires de points symétriques par rapport au pic central de l'image, qui représente la fréquence nulle.
8. Créer les espaces de Fourier représentant le cosinus (la fréquence) d'intérêt. Cela est accompli en mettant du signal à l'origine et un des points de la paire sélectionnée.
9. Faire la transformée de Fourier inverse pour chaque paire de points d'intérêt avec la fréquence nulle afin d'obtenir un patron régulier sur toute l'image.
10. Tourner les patrons de l'angle trouvé dans l'espace de Fourier pour faciliter la détection des pics.
11. Prendre une coupe transversale de l'image et afficher le signal en une dimension le long de cette tranche.
12. Trouver les pics avec la fonction `find_peaks()` de `scipy` présents dans ce signal et mesurer l'écart entre chaque pic afin d'obtenir une distribution. Le *d-spacing* associé à chaque signal se trouve à être la valeur moyenne de cette distribution et l'incertitude en est l'écart-type, car l'erreur sur la mesure est supposée aléatoire (la distribution des mesures suit une distribution gaussienne).

Annexe A : Espace réciproque des micrographies

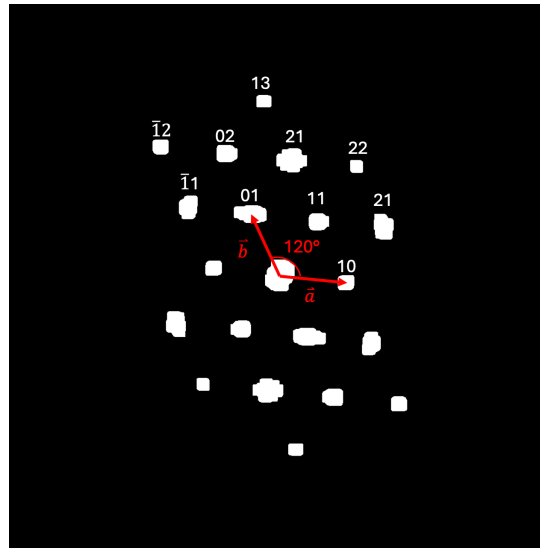


FIGURE 2 – Espace réciproque de la micrographie 6. Les vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} y sont représentés. Les paires de nombres au-dessus des points indiquent les coefficients requis pour obtenir une combinaison linéaire des vecteurs primitifs allant de l'origine au point identifié. Puisque les images obtenues avec le microscope sont en 2D, il n'est pas possible d'identifier une structure de Bravais en 3D. Néanmoins, l'angle entre les vecteurs primitifs placés de part et d'autre d'un pic de fréquence est de 120° , ce qui rappelle une structure appartenant à la famille hexagonale.

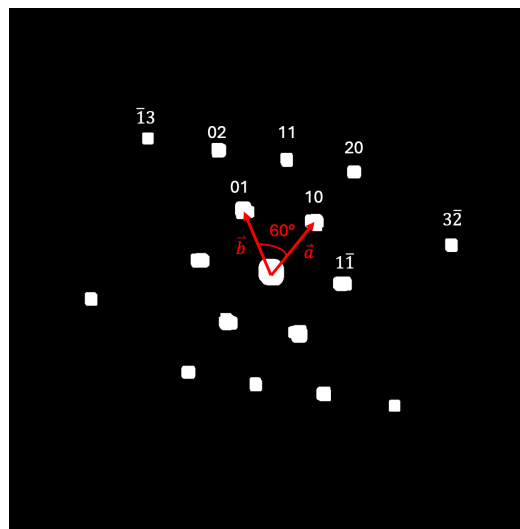


FIGURE 3 – Espace réciproque de la micrographie 7. Les vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} y sont représentés. Les paires de nombres au-dessus des points indiquent les coefficients requis pour obtenir une combinaison linéaire des vecteurs primitifs allant de l'origine au point identifié. Puisque les images obtenues avec le microscope sont en 2D, il n'est pas possible d'identifier une structure de Bravais en 3D. L'angle entre les vecteurs primitifs est mesuré à 60° . Si une mesure de l'angle entre deux pics séparés par un autre point est effectuée, l'angle obtenu est de 120° . Cela semble potentiellement indiquer une structure de Bravais appartenant à la famille de cristaux hexagonale.

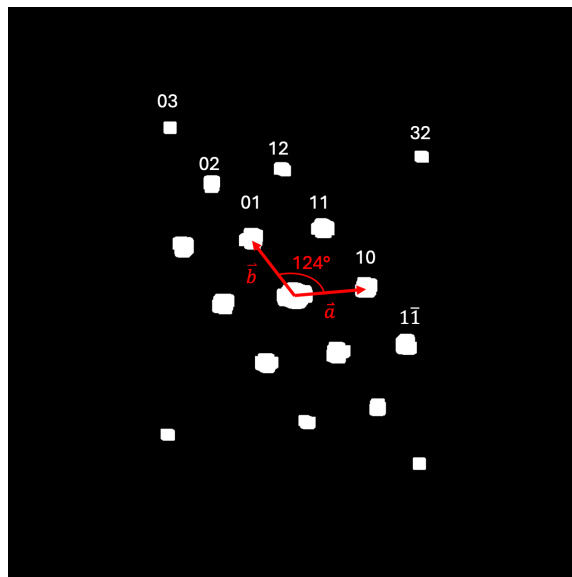


FIGURE 4 – Espace réciproque de la micrographie 8. Les vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} y sont représentés. Les paires de nombres au-dessus des points indiquent les coefficients requis pour obtenir une combinaison linéaire des vecteurs primitifs allant de l'origine au point identifié. Puisque les images obtenues avec le microscope sont en 2D, il n'est pas possible d'identifier une structure de Bravais en 3D. L'angle entre les vecteurs primitifs est mesuré à 124° . Cette analyse permet non seulement d'exclure une structure 2D tétragonale ou orthorhombique, mais également une structure 2D hexagonale. Par élimination, l'espace réciproque semble posséder une structure 2D monoclinique.

Annexe B : Distances d_{hkl} entre plans réticulaires des nanocristaux

TABEAU 1 – Coefficients des vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} , indices de Miller et distances d_{hkl} mesurés pour chaque paire de points dans l'espace des fréquences pour l'image 6.

Coefficients des vecteurs dans l'espace réciproque	Indices de Miller	Mesure d_{hk0} [pm]
(1,3)	(1 3 0)	130 ± 20
(-1,2)	($\bar{1}$ 2 0)	130 ± 20
(0,2)	(0 2 0)	180 ± 10
(2,1)	(2 1 0)	200 ± 20
(2,2)	(1 1 0)	180 ± 20
(-1,1)	($\bar{1}$ 1 0)	200 ± 20
(0,1)	(0 1 0)	340 ± 10
(1,1)	(1 1 0)	350 ± 20
(2,1)	(2 1 0)	200 ± 20
(1,0)	(1 0 0)	350 ± 20

TABLEAU 2 – Coefficients des vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} , indices de Miller et distances d_{hkl} mesurés pour chaque paire de points dans l'espace des fréquences pour l'image 7.

Coefficients des vecteurs dans l'espace réciproque	Indices de Miller	Mesure d_{hk0} [pm]
(-1,3)	($\bar{1}$ 3 0)	120 ± 10
(0,2)	(0 2 0)	170 ± 10
(1,1)	(1 1 0)	200 ± 20
(2,0)	(2 0 0)	170 ± 10
(0,1)	(0 1 0)	330 ± 10
(1,0)	(1 0 0)	340 ± 10
(3,-2)	(3 $\bar{2}$ 0)	120 ± 10
(1,-1)	(1 $\bar{1}$ 0)	310 ± 20

TABLEAU 3 – Coefficients des vecteurs primitifs \vec{a} et \vec{b} , indices de Miller et distances d_{hkl} mesurés pour chaque paire de points dans l'espace des fréquences pour l'image 8.

Coefficients des vecteurs dans l'espace réciproque	Indices de Miller	Mesure d_{hk0} [pm]
(0,3)	(0 3 0)	120 ± 20
(1,2)	(1 2 0)	190 ± 20
(0,2)	(0 2 0)	180 ± 20
(1,1)	(1 1 0)	340 ± 10
(0,1)	(0 1 0)	350 ± 20
(1,-1)	(1 $\bar{1}$ 0)	200 ± 20
(1,0)	(1 0 0)	350 ± 20