

Principes de base et évolution de la microscopie électronique à balayage

Laurent MANIGUET, Francine ROUSSEL, Frédéric CHARLOT, Florence ROBAUT

GRENOBLE INP – CMTC, 1260 rue de la piscine - Bât. PHELMA - BP 75 - 38402 SAINT MARTIN D'HERES

*4^{èmes} Journées Scientifiques et Techniques du Réseau des Microscopistes de l'INRA
Centre INRA de Nancy-Lorraine - Du 13 au 15 novembre 2013*

Plateforme de Caractérisation des Matériaux de Grenoble INP



Microscopie électronique et techniques d'analyse associées

- 1 MEB FEG ZEISS Ultra 55 avec EDS & EBSD
- 1 MEB FEG Environnemental QUANTA 250
- 1 MEB-FIB ZEISS NVision 40, Fondation Nanosciences (en partenariat avec les plateformes PFNC & PTA)
- 1 Microsonde de Casting CAMECA SX50 (WDS)
- 3 MEB conventionnels avec EDS
- 1 MET JEOL 2010 200 kV LaB6 avec EDS
- 1 MET JEOL 2100 F- 200 kV FEG avec EDS

Rayons X

- 1 Diffractomètre X D8 Advance Bruker
- 1 Diffractomètre X X'Pert PRO MPD PANalytical
- 1 Diffractomètre X 5 cercles Rigaku avec anode tournante

Spectrométrie Raman

- 1 Spectromètre Raman T64000 (+ centre commun LEPMI, CEA, CMTC)

► **Au service :**
 de la recherche, de la formation, des entreprises



Formation continue

Stages spécialisés alliant théorie et pratique :

- Microscope électronique à balayage et microanalyse X EDS
- Pratique de la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (WDS)
- Caractérisation des couches minces par rayons X (en partenariat avec INSTN)
- Initiation à la diffraction X haute résolution (en partenariat avec INSTN)
- Spectrométrie Raman

Stages « à la carte »

En partenariat avec le Département Formation Continue de Grenoble INP

**Joelle.Gaillard@grenoble-inp.fr
04 76 57 47 08**

Plan de l'exposé

Introduction générale

Principe de fonctionnement du MEB, formation de l'image, grandissement et résolution numérique

Description des MEB conventionnel et à effet de champ

- Les canons à électrons

- Les colonnes électroniques

- Le diamètre de sonde et la résolution

Rappels sur les interactions électrons-matière

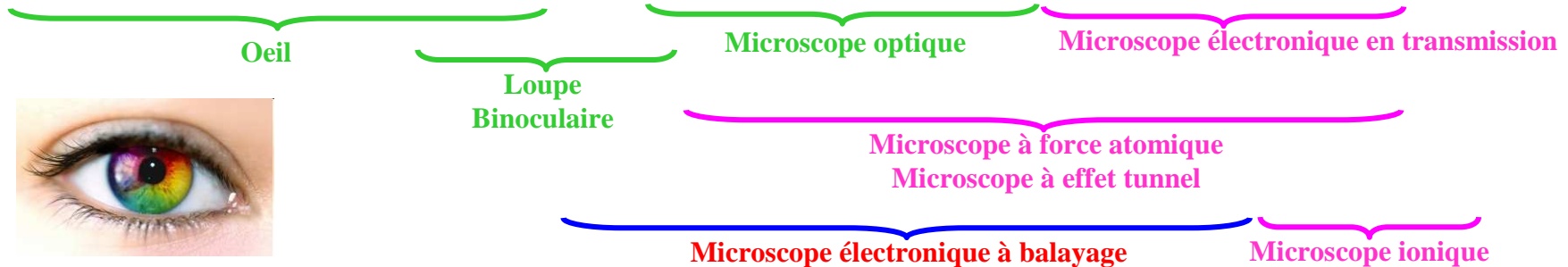
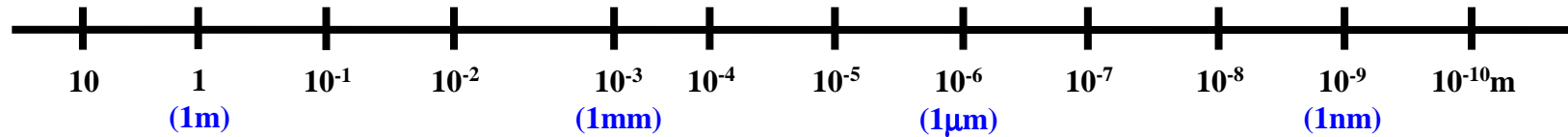
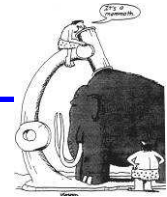
Détection et imagerie en électrons secondaires et rétrodiffusés

Focus : Microscopie électronique à balayage à pression contrôlée

Conclusion

Certain commercial equipment, instruments, or materials are identified in this presentation to foster understanding. Such identification does not imply recommendation or endorsement, nor does it imply that the materials or equipment identified are necessarily the best available for the purpose

Les techniques d'observation et leurs différentes échelles ...



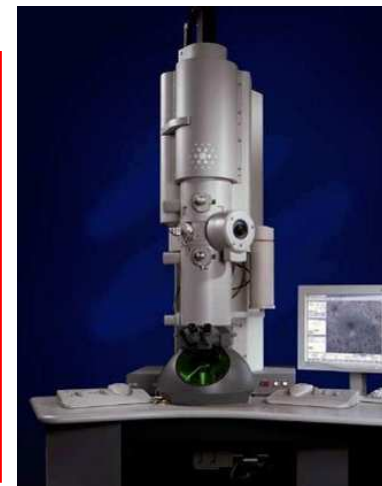
Oeil (pouvoir séparateur 0.1mm)



microscopie optique
(pouvoir séparateur 0.1 µm)



microscopie électronique à balayage (résolution 1nm pour les MEB FEG)



microscopie électronique en transmission



microscopies à champ proche (AFM, STM)
(résolution subnanométrique)

Quelques dates

**1932 : Conception du 1^{er} MET expérimental
(Travaux de Ruska et Knoll)**

1935 : Conception du MEB (Travaux de Knoll)

**1938 : 1^{er} MET équipé de bobines de balayage STEM
(Travaux de Manfred Von Ardenne)**

1939 : 1^{er} MET commercial (Siemens)

1942 : 1^{er} MEB expérimental (fabrication Sworykin, Hiller et Snyder)

**1965 : 1^{er} MEB commercial (Cambridge Stereoscan)
(progrès TV, transistors, détecteurs)**

Depuis 1990 :

Développement MEB numérique

Développement des canons à effet de champ

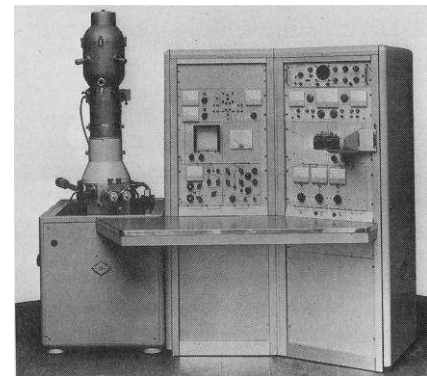
Développement de la microscopie à pression contrôlée

Couplage colonne électronique – colonne ionique (MEB-FIB)

...



1932 Max Knoll and Ernst Ruska

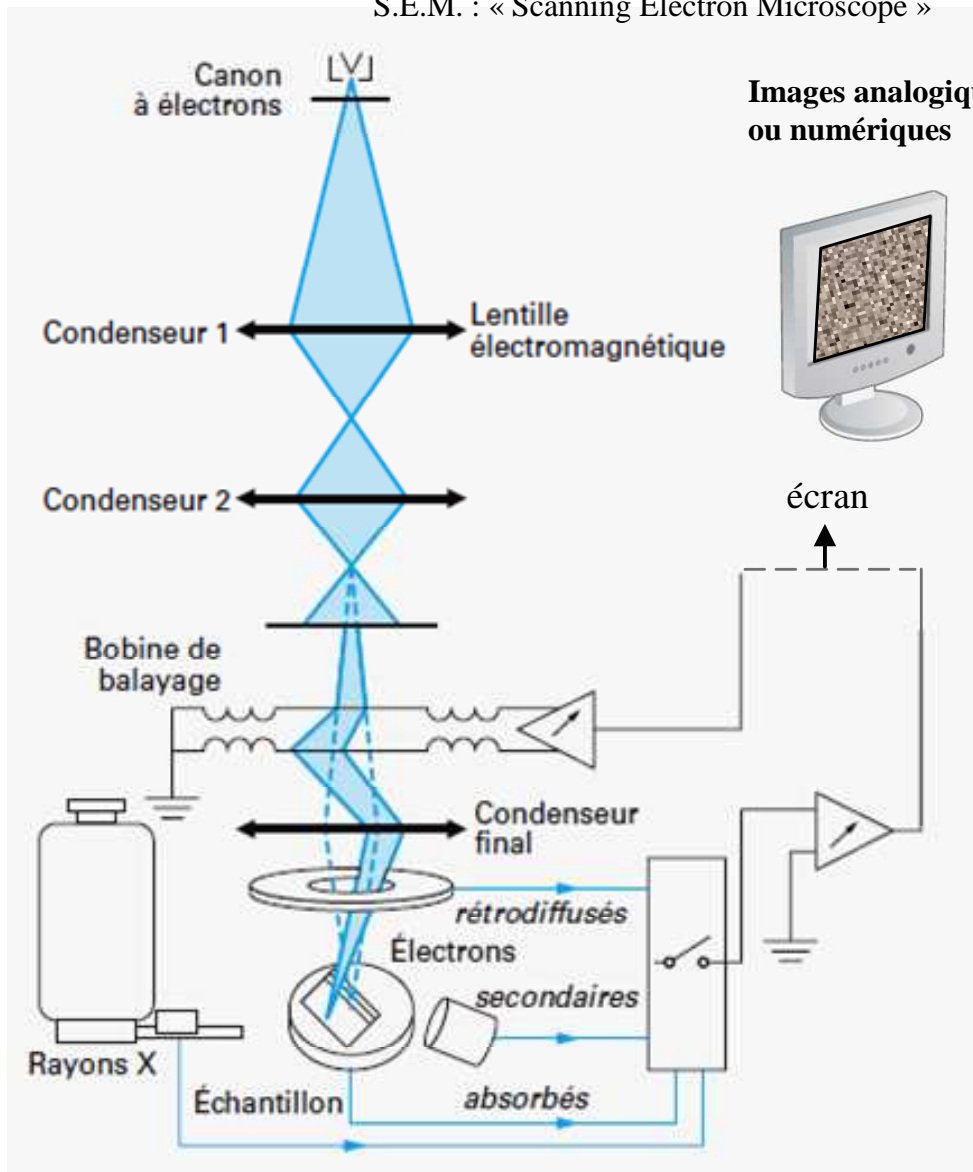


1965 Stereoscan 20 kV 50 nm



Principe de fonctionnement d'un M.E.B.

S.E.M. : « Scanning Electron Microscope »



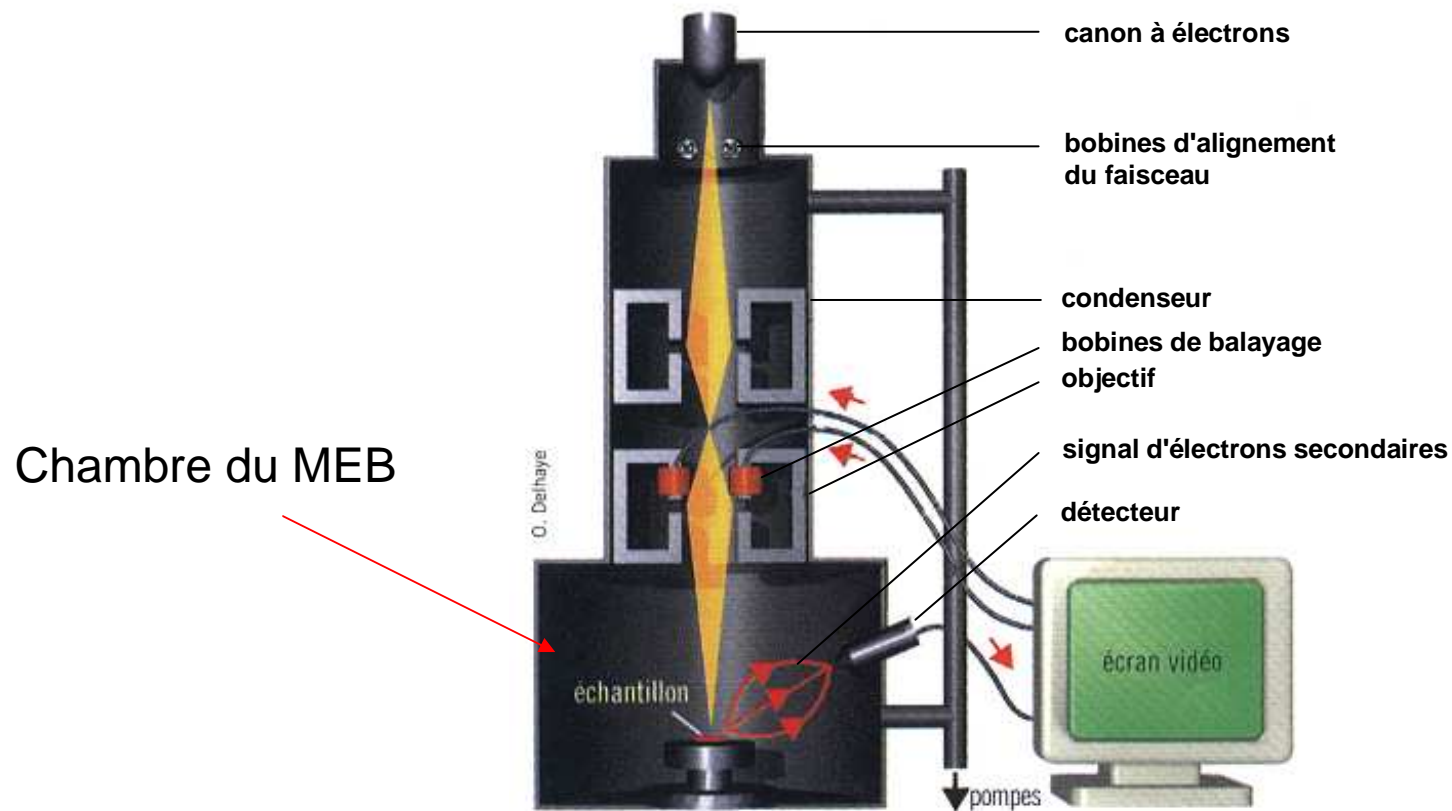
Document CMTC

Le principe de fonctionnement d'un microscope électronique à balayage est de faire correspondre le déplacement d'un faisceau d'électrons sur un échantillon de façon synchrone avec le déplacement d'un faisceau d'électrons sur un écran cathodique.

La brillance du spot est modulée par le signal provenant d'un détecteur spécifique résultant de l'interaction du faisceau primaire avec le matériau.

Chambre du MEB

- ◆ L'échantillon est placé dans une chambre sous vide secondaire (en standard)



- ▶ Selon la nature des échantillons, cela peut nécessiter des techniques de préparation diverses et variées (ex : biologie, vivant...)

Le Grandissement en M.E.B.

Définition :

Rapport de la distance balayée sur l'écran (L fixe)
à celle balayée sur l'échantillon (l variable)

$$\text{Grandissement} = L / l$$

Grandeur relative ! fonction du support

Attention au micro-marqueur.

En référence au format polaroïd :

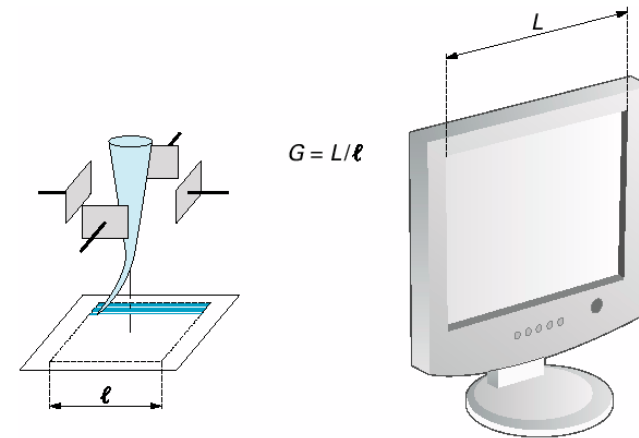
Longueur d'une ligne sur le document final	100 mm				
Longueur d'une ligne sur l'échantillon	10 mm	1 mm	0,1 mm	0,01 mm	0,001 mm
Grandissement	x 10	x 100	x 1000	x 10000	x 100000

En faisant varier l'amplitude de déviation du faisceau électronique (intensité dans les bobines défectrices), on fait varier le grandissement.

L'angle de déviation varie de quelques degrés (faible grandissement, 10) à quelques millièmes de radians (fort grandissement, > 10 000).

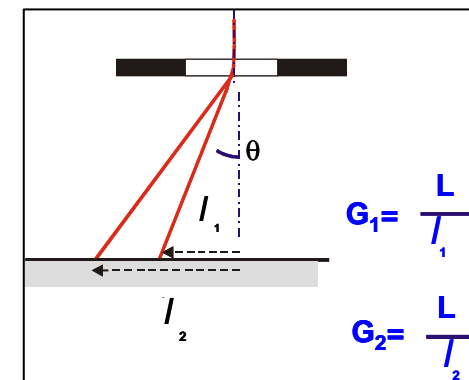
Contrôle des grandissements : grille, réseau, mire ...

Norme ISO 16700:2004 : Analyse par microfaisceaux – Microscopie électronique à balayage (MEB) – Guide pour l'étalonnage du grandissement de l'image (échantillons de référence et procédure)



Zone balayée sur l'échantillon (variable)

Zone balayée sur l'écran (fixe)



La Résolution de l'image en M.E.B.

A la distance de lecture, le pouvoir séparateur de l'œil est de 0,1 mm

Pour une image nette sur un document final de 100 mm par 100 mm (photo, imprimante, écran...) :

- un point image (pixel pour une image numérique) doit mesurer 0,1 mm maximum (pouvoir séparateur de l'œil)
- une ligne doit être constituée de **1000 pts au minimum** !

C'est la résolution classique de 1024 pour une image numérique de 10 cm

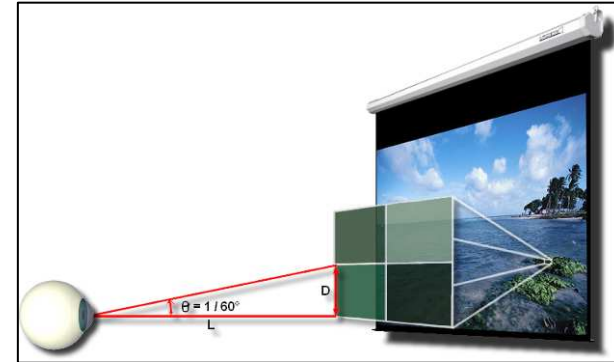
Le balayage du faisceau d'électrons à la surface de l'écran du MEB est synchronisé avec le balayage du faisceau d'électrons du MEB à la surface de l'échantillon.

Notion de taille de sonde :

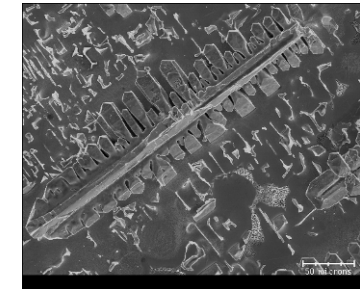
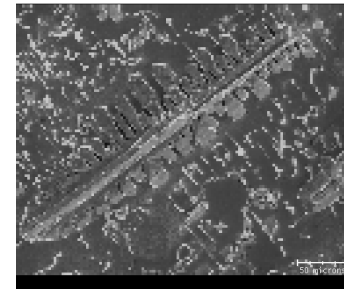
Sur l'échantillon, le diamètre du faisceau doit donc être $1/1000^{\text{ème}}$ de la longueur de ligne balayée quelque que soit sa longueur :

G x100	1 point = 1 mm/1000 = 1 micron = 1000 nm	Imagerie SE et BSE
G x1000	1 point = 0,1 mm/1000 = 0,1 micron = 100 nm	Imagerie SE et BSE
G x10000	1 point = 0,01 mm/1000 = 0,01 micron = 10 nm	Imagerie SE (MEB), SE et BSE (MEB à effet de champ)
G x100000	1 point = 0.001 mm/1000 = 0.001 micron = 1 nm	Imagerie SE (MEB à effet de champ)

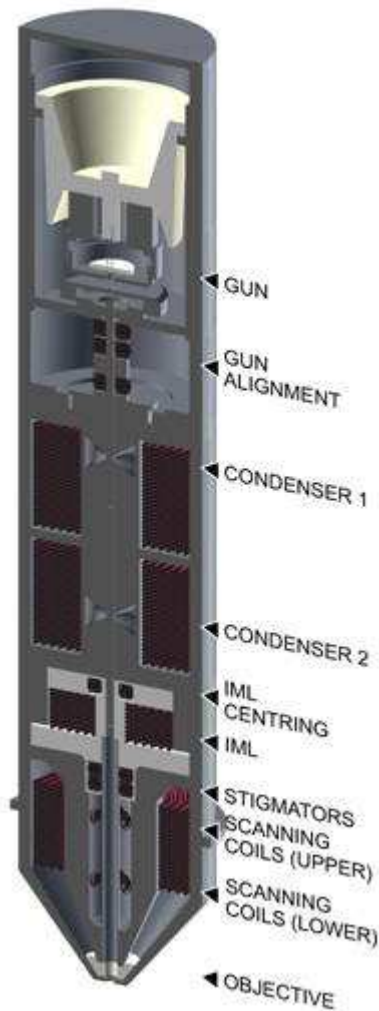
► Adapter, grâce à la colonne électronique, le diamètre du faisceau à la surface de l'échantillon en fonction du grandissement.



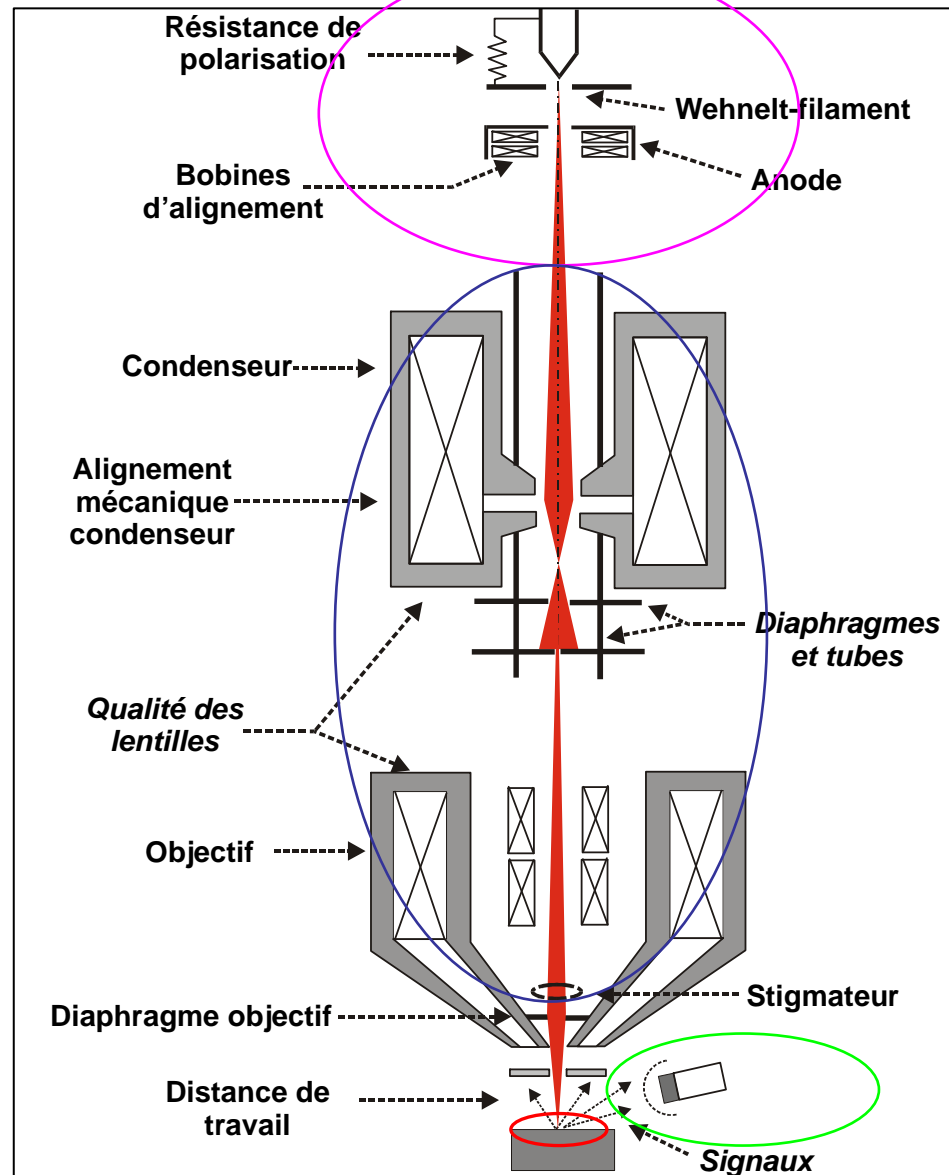
A la distance de lecture, le pouvoir séparateur de l'œil est de 0.1mm i.e. 100µm.



La Colonne électronique



Document TESCAN



**Le canon
(source d'électrons)**

**Les lentilles
électromagnétiques
+
bobines électromagnétiques**

Les détecteurs

Schéma général de la colonne d'un MEB conventionnel

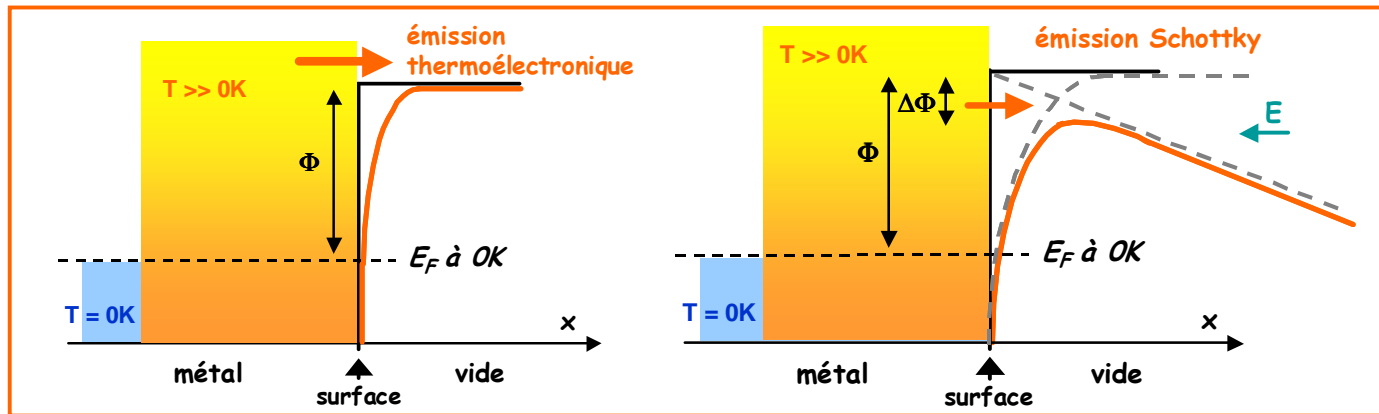
Le canon

Généralités sur l'émission électronique

L'émission des électrons à partir d'un solide peut se faire par deux mécanismes :

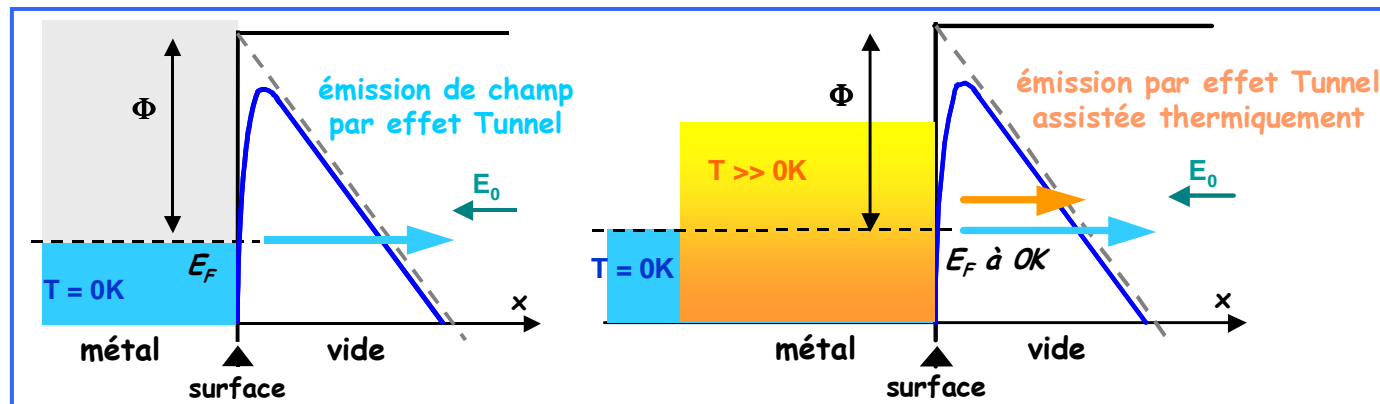
◆ en fournissant suffisamment d'énergie aux électrons (température,...) pour qu'ils sautent par dessus la barrière de potentiel :

- ⇒ **émission thermoélectronique** en l'absence de champ électrique
- ⇒ **émission Schottky** en présence d'un champ électrique



◆ par effet tunnel à travers la barrière de potentiel si l'épaisseur inférieure à 1 nm :

- ⇒ **émission de champ**, énergie des électrons inférieure à énergie de Fermi (E_F)
- ⇒ **émission de champ assistée thermiquement**, énergie des électrons supérieure à E_F



Les familles de canons à électrons dans un MEB

Trois grandes familles de canons à électrons :

Les canons conventionnels

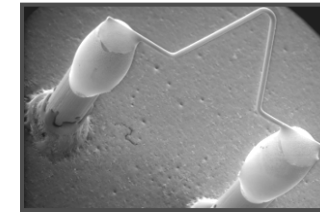
et l'émission des électrons par effet thermoélectronique

Les cathodes dites "chaudes"

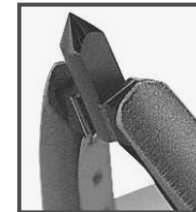
et l'émission des électrons par effet Schottky

Les cathodes dites "froides"

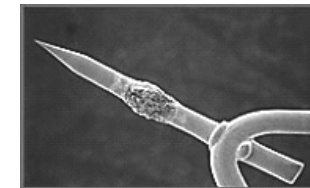
et l'émission des électrons par effet tunnel



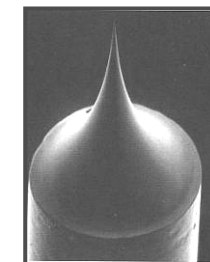
Filament W



Pointe LaB6



Pointe Schottky



Cathode froide

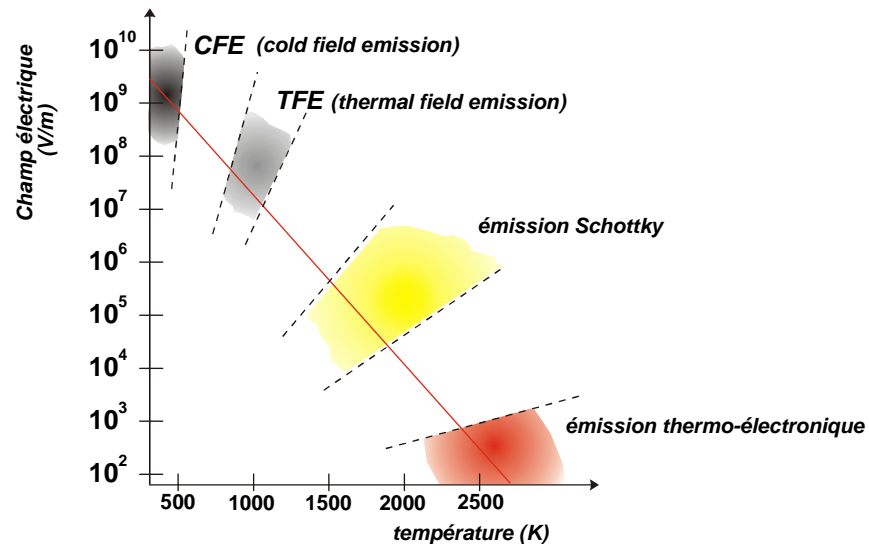
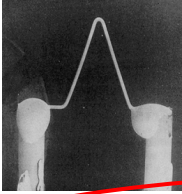
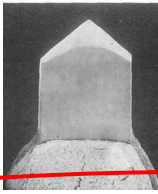
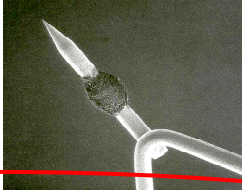
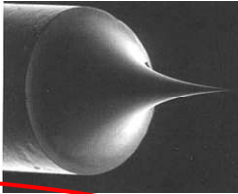
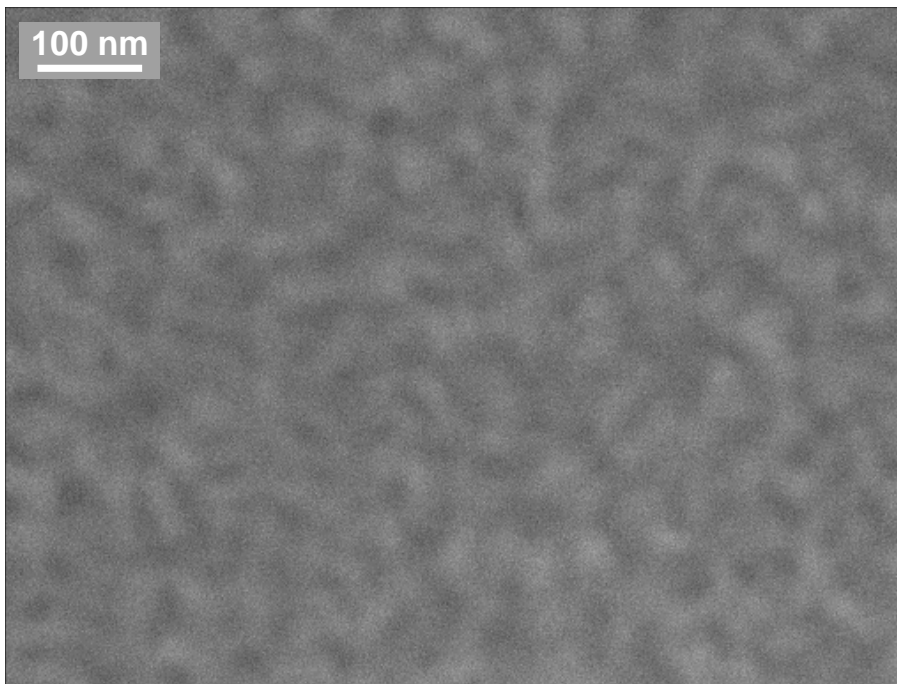


Tableau comparatif des différents canons

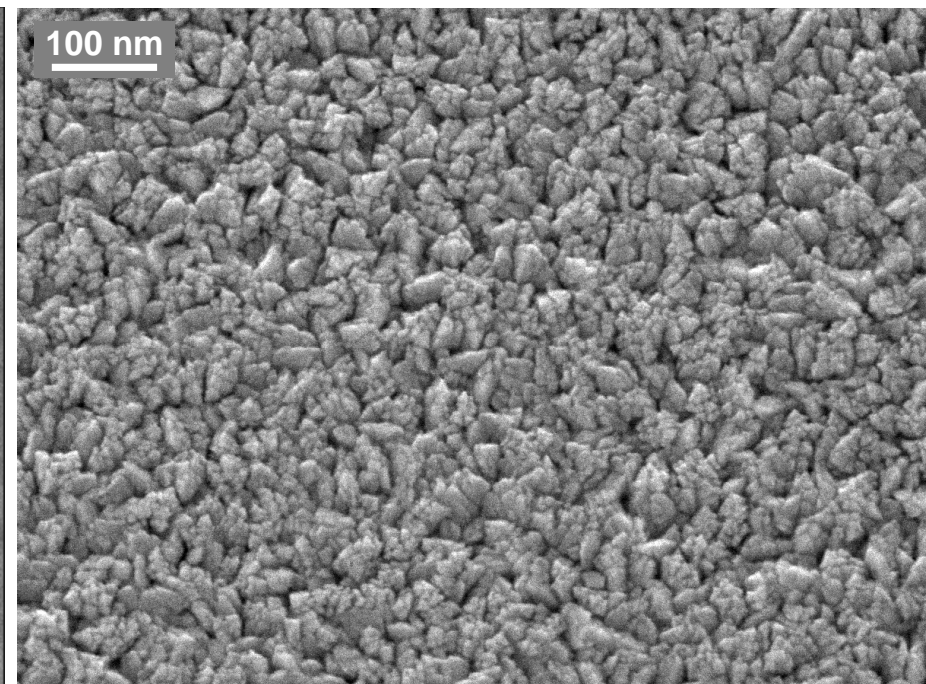
Type de canon	W	LaB6	W-ZrO (Schottky)	W (Tunnel)
Géométrie de la cathode				
Pression au canon (Pa)	$10^{-3} - 10^{-4}$	$10^{-5} - 10^{-6}$	10^{-8}	$< 10^{-8}$
Température de travail T(K)	2700	1900	1800	300
Travail de sortie Φ (eV)	4,5	2,7	2,8	4,5
Durée de vie émetteur (h)	100	1000	$\gg 1000$	$\gg 1000$
Diamètre de la source	50 μm	20 μm	15 nm	5 - 10 nm
Dispersion en énergie (eV)	1,5 - 2	1 - 2	0,7 - 1	0,2 - 0,4
Densité de courant d'émission J_0 (A.cm ⁻²)	3	30	$10^4 - 10^5$	$10^4 - 10^6$
Brillance de la sonde à 20 kV (A.cm ⁻² . Sr ⁻¹)	10^5	10^6	$10^7 - 5 \cdot 10^8$	$> 10^9$
Gamme typique de courant de sonde	1 pA à 5 μA	1 pA à 5 μA	1 pA à 20 nA Voire 200 nA	1 pA à 2 nA Voire 15 nA
Stabilité (% par heure)	1	1	2	5
	MEB conventionnel (SEM) Canon thermoélectronique		MEB - FEG (FESEM) Canon à effet de champ	

Comparaison résolution MEB conventionnel & MEB FEG

Film mince de HfO_2 sur silicium
Tension d'accélération : 20 kV
Grandissement MEB : **x 100 000**
(référence Polaroid)



MEB conventionnel à filament de W



MEB FEG à cathode chaude

Performances et confort d'utilisation d'un MEB FEG...

Les lentilles électromagnétiques

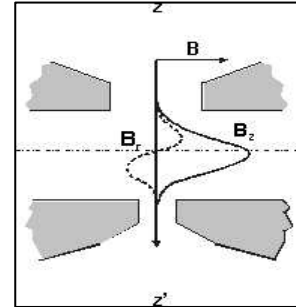
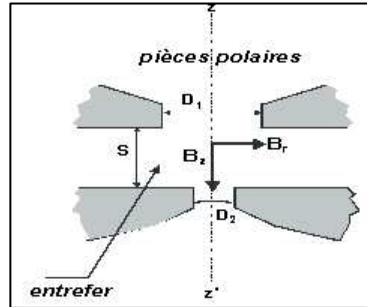
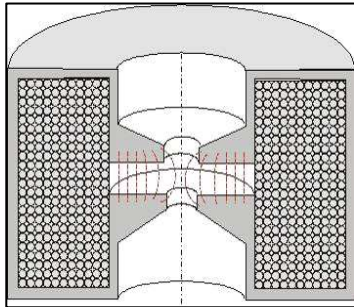
Les lentilles électromagnétiques

1 - La force exercée par un champ magnétique sur une particule chargée est donnée par la **Loi de Laplace**

$$\vec{F} = q \cdot \vec{Vitesse} \otimes \vec{B}$$

(\otimes produit vectoriel)

2 – Dans une lentille électromagnétique, le champ magnétique B peut se décomposer en une composante radiale B_r et une composante axiale B_z .



Variation des composantes radiale et transversale de l'induction magnétique à l'intérieur des pièces polaires

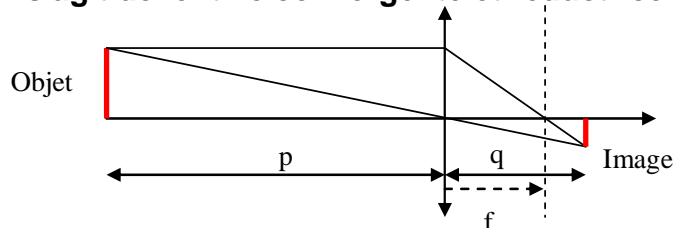
3 - Action de ces 2 composantes du champ B sur le faisceau électronique

Au départ la vitesse est parallèle à l'axe, seul le champ radial induit une force tangentielle, qui provoque la rotation du faisceau électronique : **trajectoire hélicoïdale** avec apparition d'une composante tangentielle de la vitesse,

Le champ axial exerce alors sur la composante tangentielle de la vitesse, une force radiale, dirigée vers l'axe de la lentille :

- la trajectoire est hélicoïdale et inscrite sur un cône
- Il y a **convergence du faisceau électronique vers l'axe**

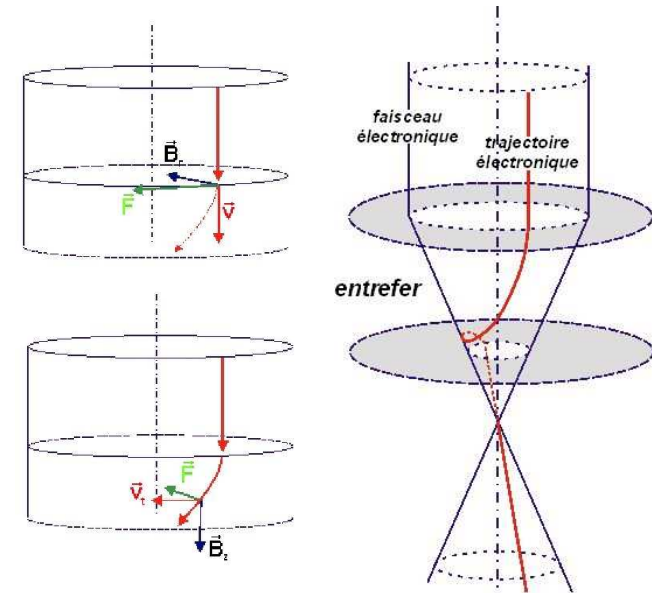
4 - Il s'agit de lentille convergente et réductrice.



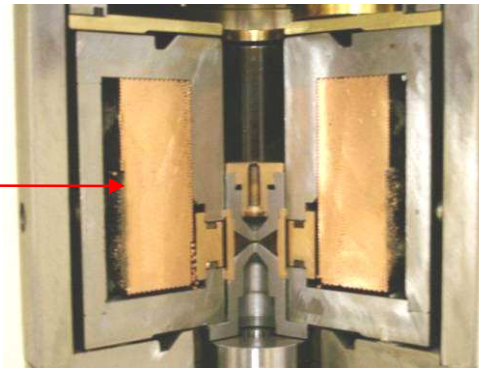
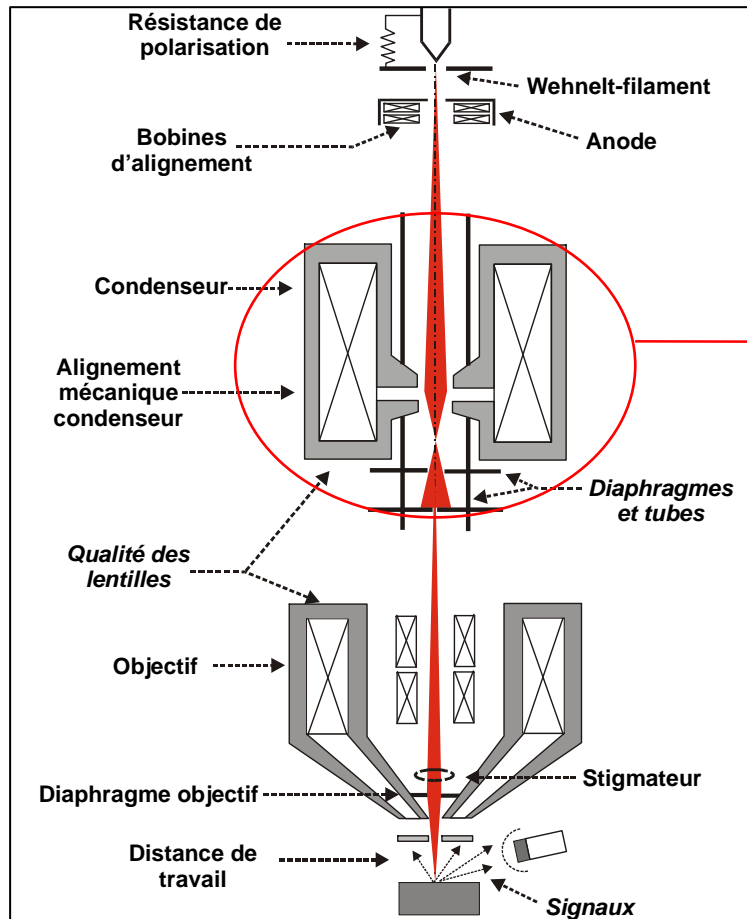
Distance focale f

$$1/f = 1/p + 1/q$$

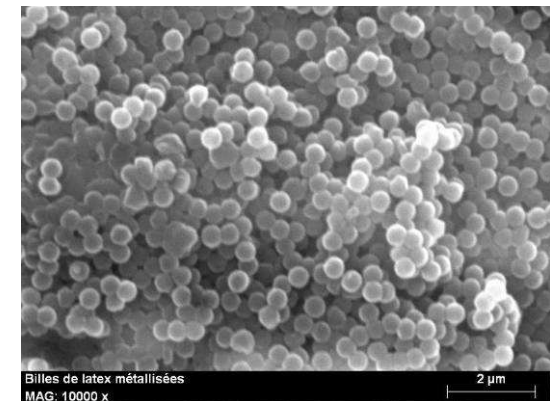
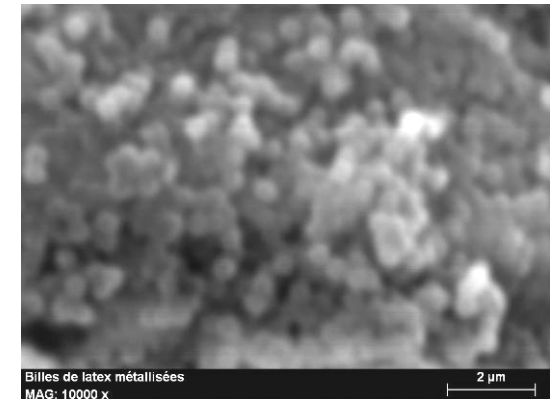
Facteur de réduction q/p



La lentille condenseur dans un M.E.B.



Exemple : Billes de latex métallisées à 20kV
G x10 000 (fort grandissement)



Réduction du diamètre
du faisceau
Amélioration de la résolution

Le condenseur est une **lentille convergente réductrice**.

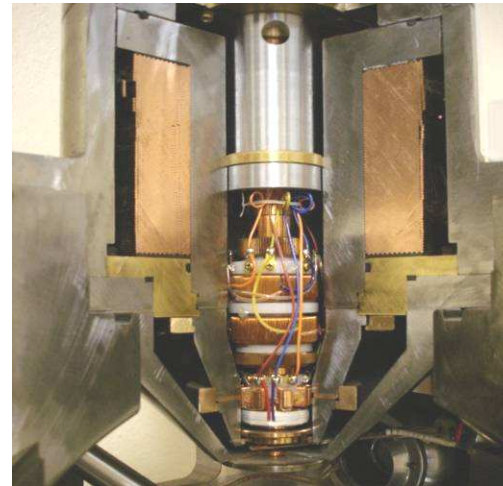
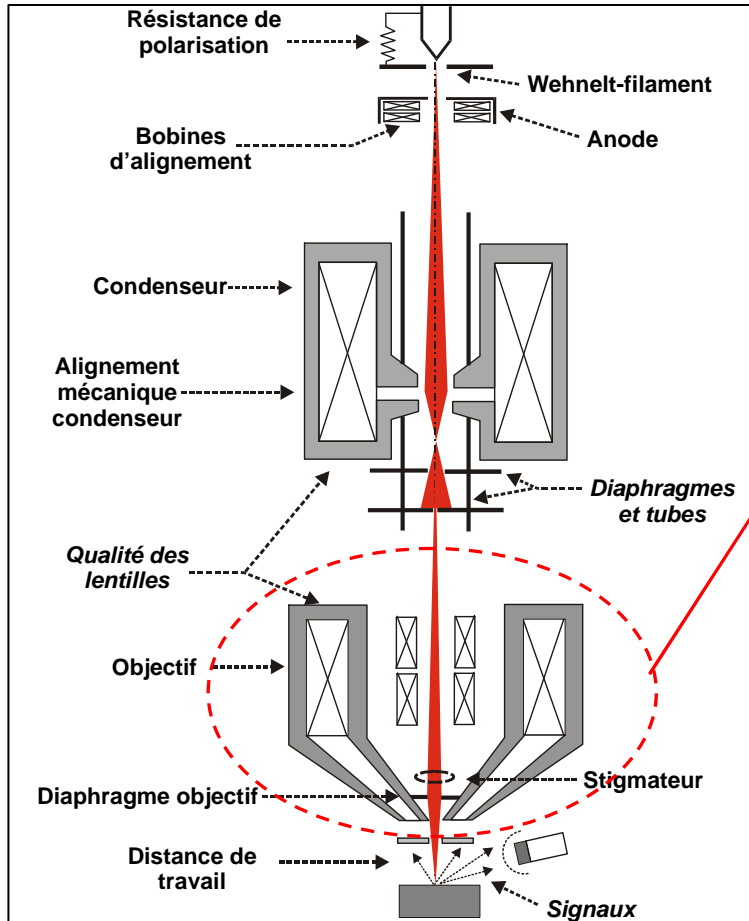
Il possède généralement des pièces polaires symétriques.

D'un point de vue technologique, le condenseur peut être constitué d'un ensemble de lentilles.

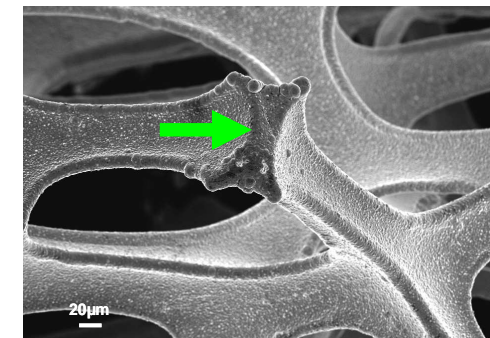
► **Rôle du condenseur : adapter le diamètre et l'intensité du faisceau d'électrons.**

Pour un MEB-W : réduction de 100 fois et plus du diamètre de la source (cross-over) !

La lentille objectif dans un M.E.B.



L'objectif est aussi une lentille convergente réductrice. Les pièces polaires sont coniques. Le volume interne est important : bobines de déflection, bobines de correction d'astigmatisme ... Il existe différents types de lentilles objectif : lentille conique, lentille à immersion, lentille de type Snorkel.



► Rôle de l'objectif : faire converger le faisceau d'électrons à la surface de l'échantillon
Assurer la focalisation, la mise au point !

Grande variété de lentilles objectif

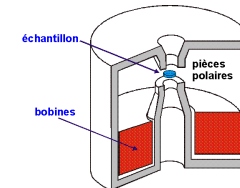
Lentille objectif conique classique (pour MEB-W voire MEB-FEG)

Le champ magnétique reste confiné dans la lentille et l'échantillon est placé en dessous de la lentille



Lentille objectif à immersion totale (pour MEB-FEG)

L'échantillon est placé à l'intérieur des pièces polaires de la lentille objectif comme dans un TEM : l'échantillon baigne dans le champ magnétique de la lentille objectif

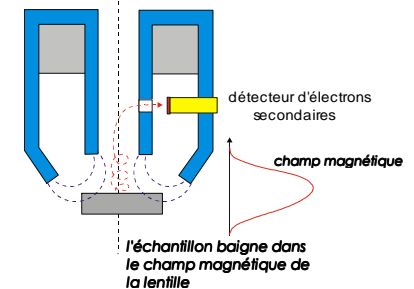


Lentille objectif à immersion de type Snorkel (pour MEB-FEG)

L'échantillon est placé à l'extérieur de la lentille.

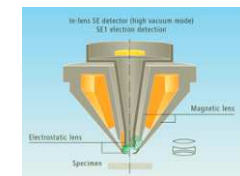
Le champ magnétique sort de la lentille.

L'échantillon baigne dans le champ magnétique (ou champ électrique) à faible distance de travail



Lentille objectif électrostatique (pour MEB-FEG)

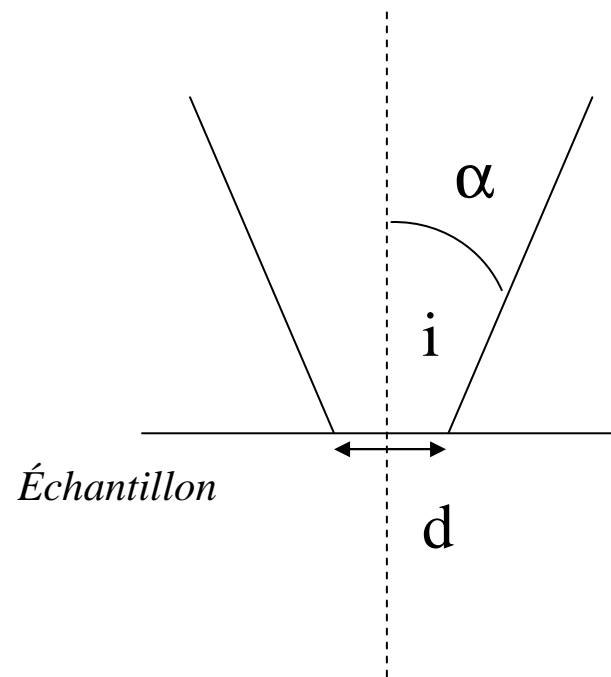
Couplage lentille électromagnétique et lentille électrostatique



Lentille objectif à différentes configurations (pour MEB-FEG)

► La qualité de la lentille objectif joue un rôle déterminant sur les performances du MEB

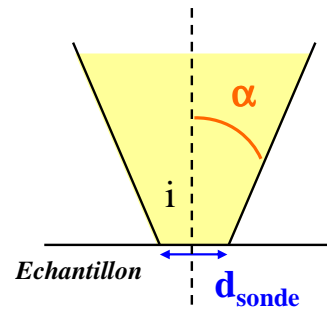
Diamètre de sonde



Sonde parfaite : optique géométrique (sans aberration)

Faisceau convergent
à la surface de l'échantillon

α demi-angle d'ouverture
du faisceau



Formule lentilles minces sans aberration :

$$d_{\text{sonde}} = d_{\text{gaussien}} = d_0 \times \frac{Q_1}{P_1} \times \frac{WD}{P_2} = d_0 \times M$$

M : facteur de grandissement ou de réduction

Dans un MEB conventionnel :

Diamètre de la source (~50 µm), diamètre du spot (~5 nm)

Rôle réducteur important

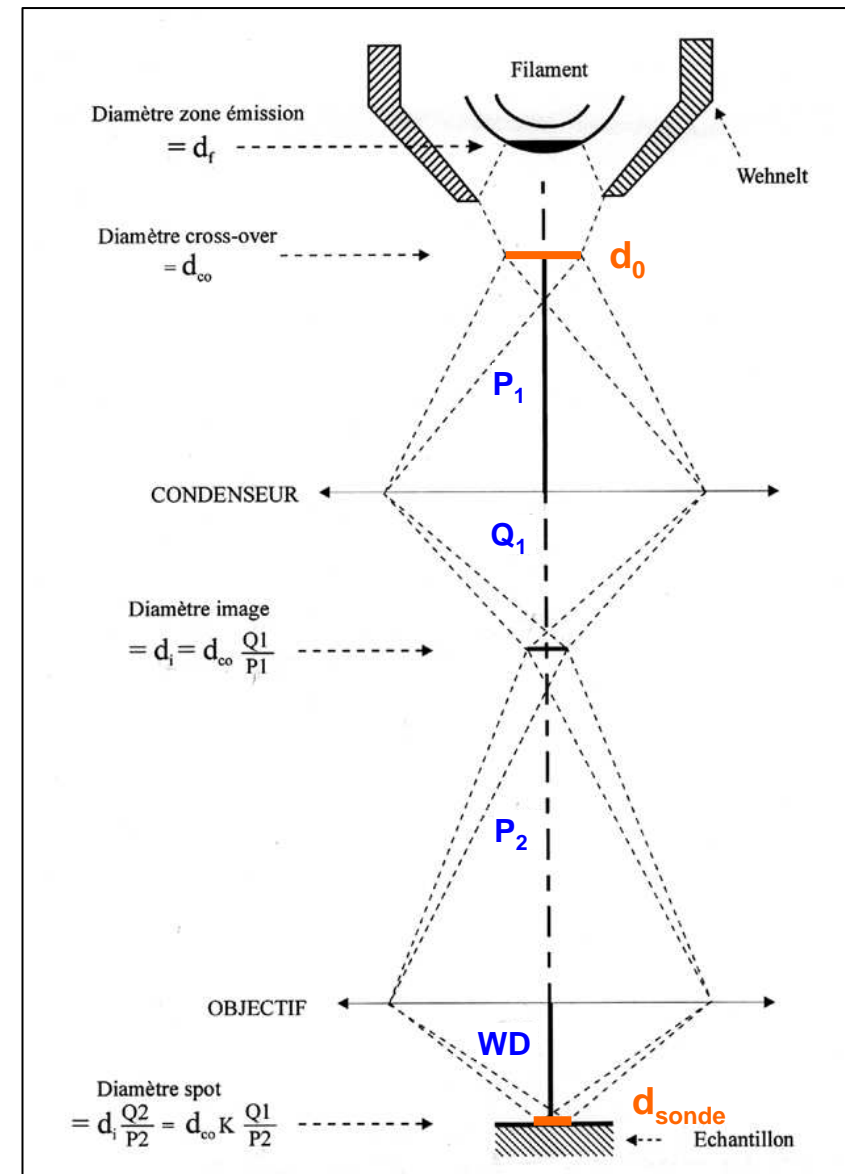
M voisin de 1/10000

Dans un MEB équipé d'un canon à effet de champ :

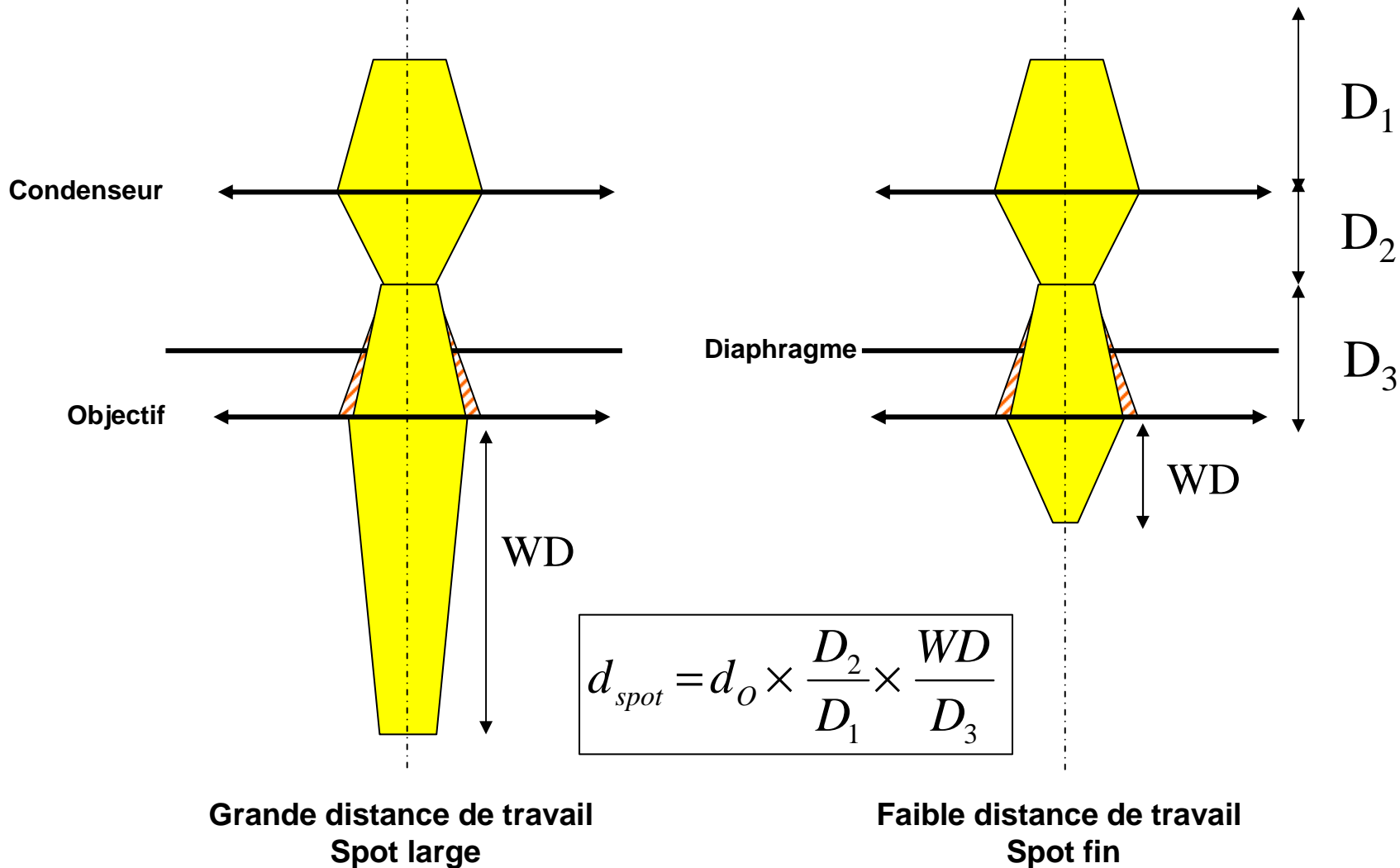
Diamètre de la source (~10 nm), diamètre du spot (~ 1 nm)

Rôle réducteur moins important

M voisin de 1/10



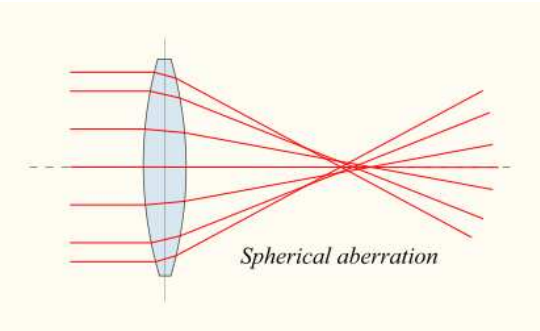
Influence de la distance de travail sur le diamètre du faisceau



- Les images à fort grandissement doivent être réalisées à faible distance de travail
Mais, modèle de la sonde parfaite : approche limitée à cause des aberrations

Les aberrations des lentilles

Aberration sphérique

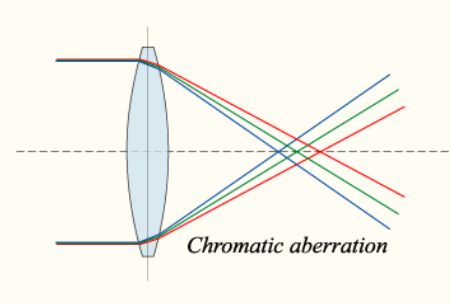


$$d_s = \frac{C_s}{2} \alpha^3$$

C_s : coefficient d'aberration sphérique

Lentille classique, $C_s = 10$ mm et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_s = 5$ nm
 Lentille à immersion, $C_s = 2$ mm et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_s = 1$ nm

Aberration chromatique

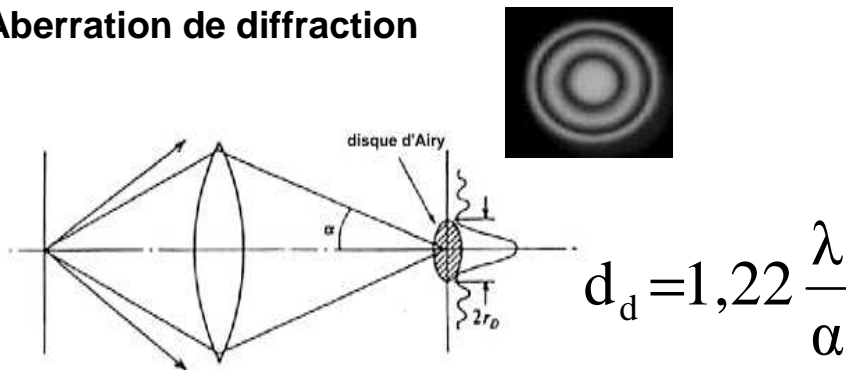


$$d_c = C_c \frac{\Delta E}{E} \alpha$$

C_c : coefficient d'aberration chromatique

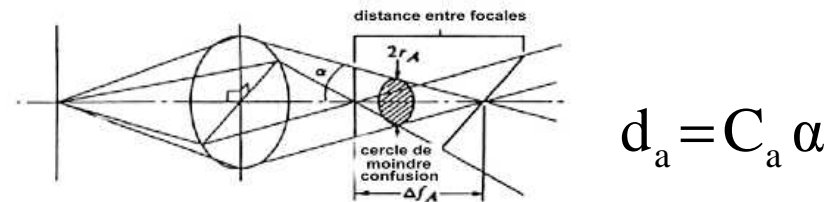
$C_c = 10$ mm, $\Delta E = 1$ eV, $E = 30$ keV et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_c = 3$ nm

Aberration de diffraction



A V = 30 kV, $\lambda = 0,0068$ nm et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_d = 0,8$ nm

Astigmatisme



Diamètre du faisceau d'électrons et aberrations

$$d_0^2 = d_g^2 + d_s^2 + d_d^2 + d_C^2 (+d_B^2)$$

diamètre
gaussien

$$d_g^2 = \frac{4I}{B\pi^2\alpha^2}$$

aberration
sphérique

$$d_s = \frac{C_s}{2}\alpha^3$$

aberration
de diffraction

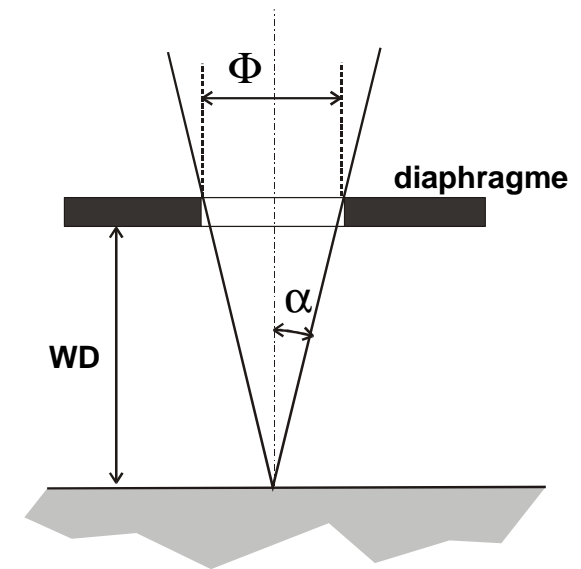
$$d_d = 1,22 \frac{\lambda}{\alpha}$$

aberration
chromatique

$$d_C = C_C \frac{\Delta E}{E} \alpha$$

effet répulsif
(FEG)

$$d_B = C_B \frac{I^{2/3} L^{2/3}}{V^{4/3} \alpha^{4/3}}$$



$$\alpha \approx \text{tg } \alpha = \Phi / 2 \text{ WD}$$

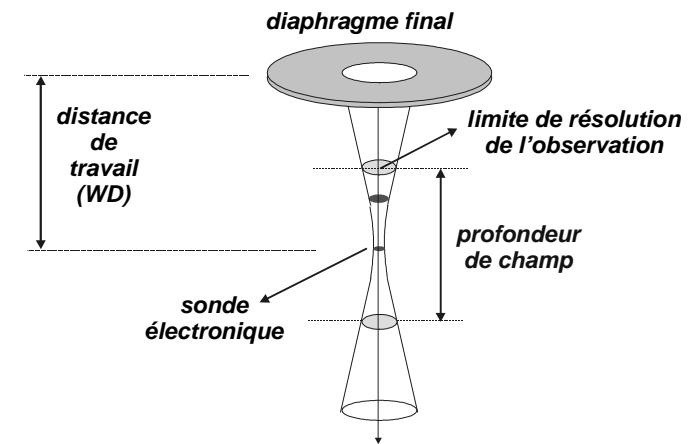
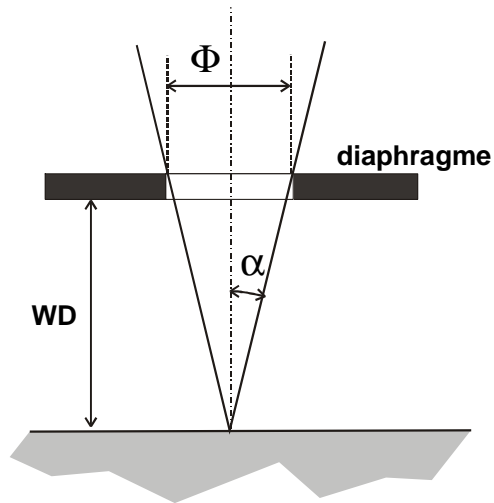
WD : distance de travail
"Working Distance"

Φ : diamètre du diaphragme final

► L'angle α joue un rôle déterminant

Le diaphragme Objectif

Compte tenu des fortes aberrations de l'optique électronique, l'angle d'ouverture du faisceau doit être très faible, de l'ordre de 10^{-2} à 10^{-3} rd (0.6° à $0,06^\circ$)



α : $\frac{1}{2}$ angle de convergence du faisceau

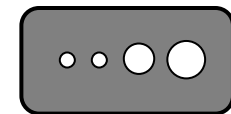
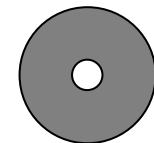
Lentille objectif avec porte-diaphragmes

Le diaphragme est placé soit dans le plan de la lentille objectif soit en position dite conjuguée

Le diaphragme objectif joue un rôle fondamental sur :

- la limitation des aberrations des lentilles et le diamètre de la sonde
- l'intensité du faisceau
- la profondeur de champ

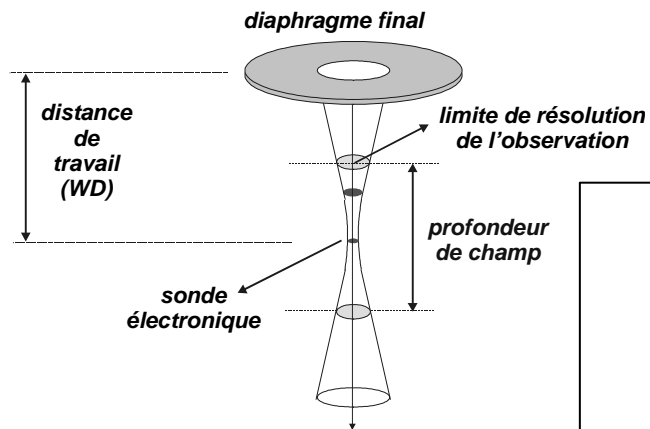
Il doit être aligné par rapport à l'axe optique....



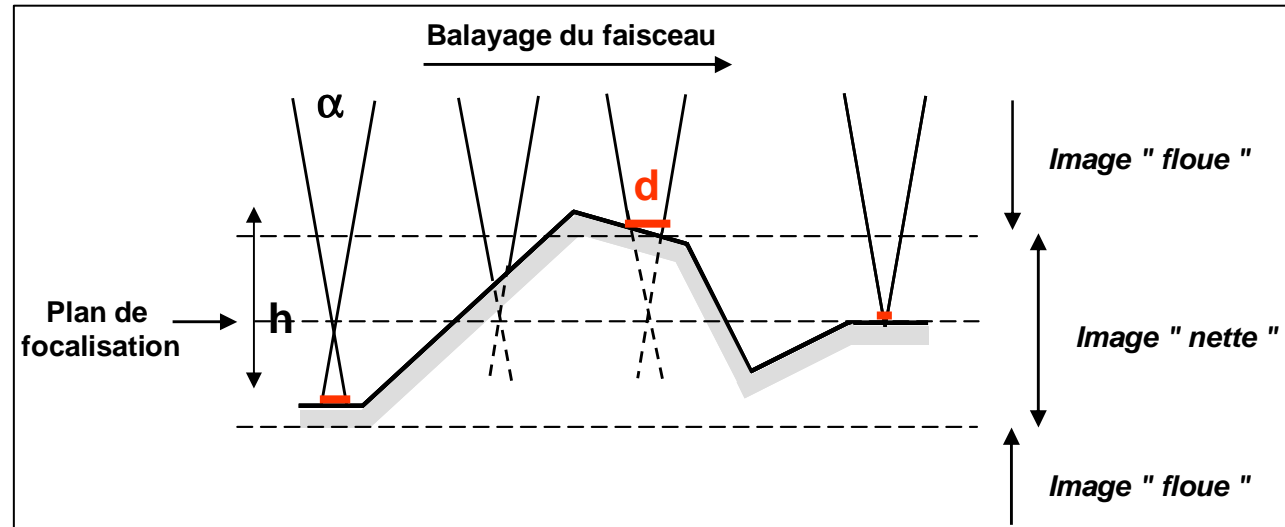
Diaphragmes

► Profondeur de champ du MEB ...

La profondeur de champ en MEB



Focalisation du faisceau électronique sur une surface à fort relief : le diamètre apparent de la sonde varie en fonction de la surface

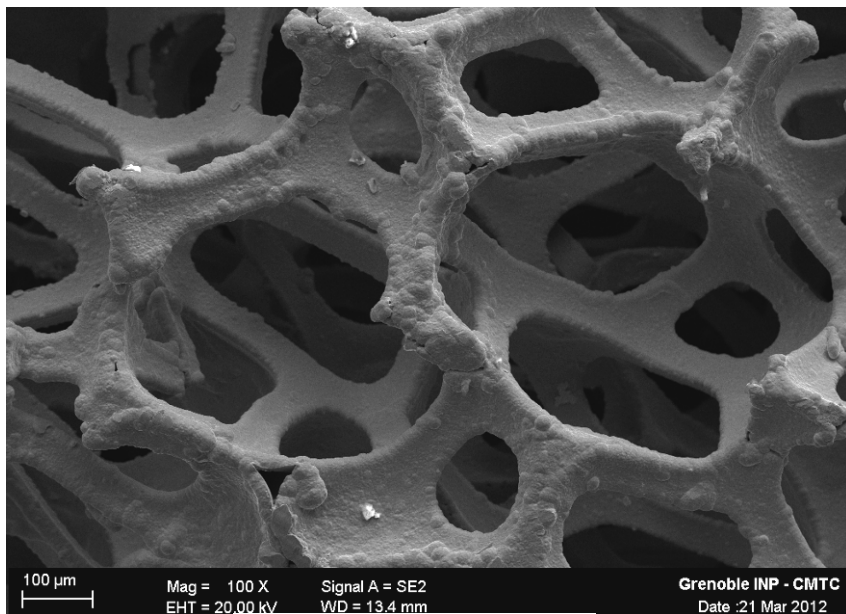


$$d = 2h \sin \alpha \approx 2h \alpha \quad \text{net si } d \leq \text{point échantillon}$$

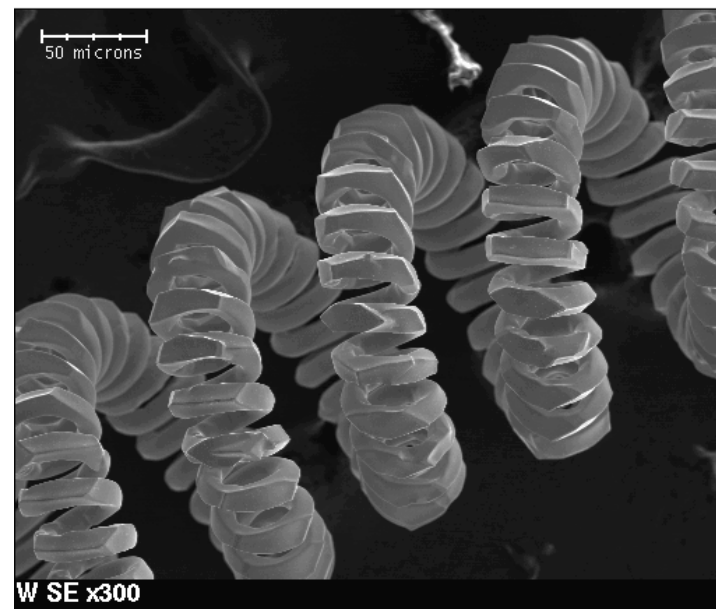
La profondeur de champ varie :

- en fonction de l'angle de convergence du faisceau : plus α est petit, plus la profondeur de champ est grande (influence de la distance de travail ou du diamètre du diaphragme),
- en fonction du grandissement : la profondeur de champ diminue avec le grandissement.

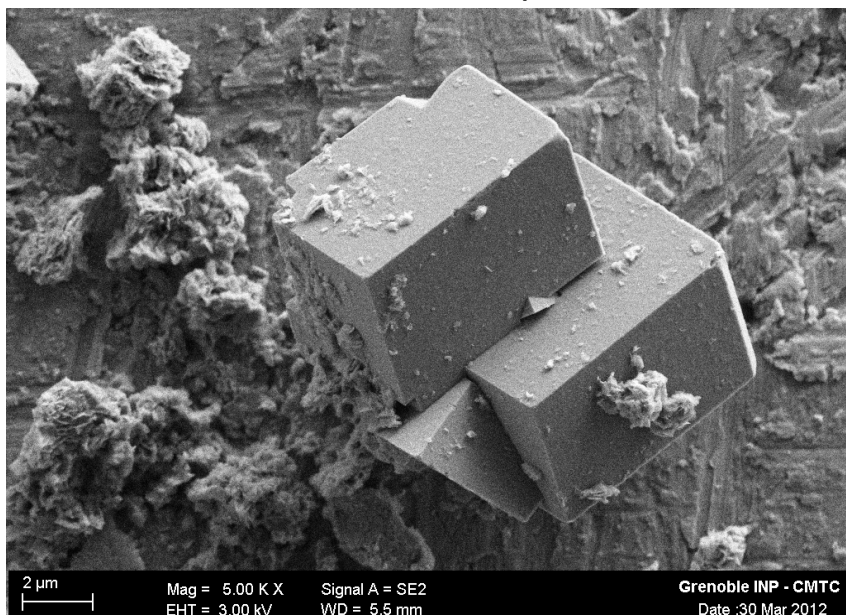
A un grandissement de x1000, la profondeur de champ dans un MEB est environ 100 fois supérieure à celle d'un microscope optique (1 μm).



Mousse métallique



Filament de Tungstène



Calcite

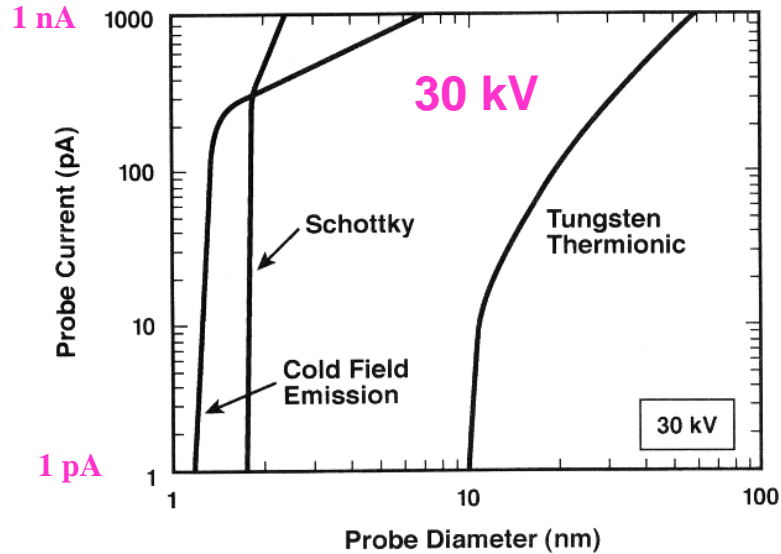
Grande profondeur de champ !

► Intérêt du MEB à faible grossissement

Diamètre réel du faisceau (simulations à haute et basse tension)

Documents Goldstein

$$d_0^2 = d_g^2 + d_s^2 + d_d^2 + d_C^2 (+d_B^2)$$



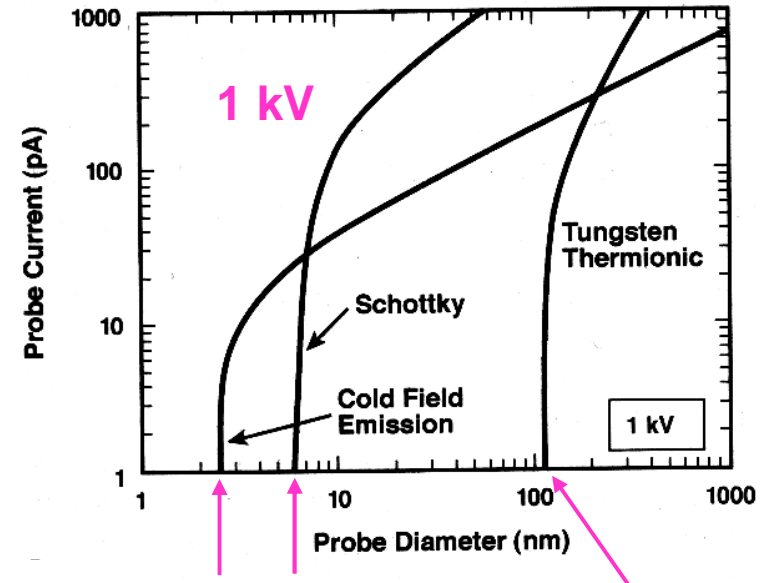
Haute tension

Résolution MEB FEG à 15 kV : 0,8 – 1 nm
 Résolution MEB W conventionnel à 15 kV : 3 nm

- La résolution se dégrade à basse tension
- MEB FEG à basse tension : meilleure résolution qu'un MEB conventionnel à haute tension !

Tendance : travailler à basse tension voire très basse tension

Nombreuses solutions technologiques pour améliorer la résolution à basse tension ...



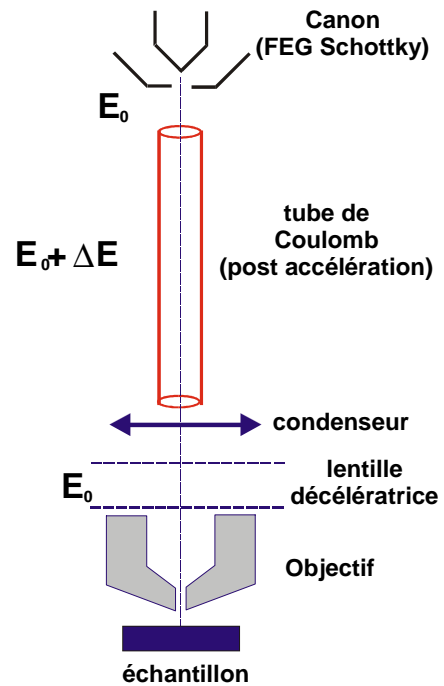
Basse tension

Détérioration des performances
 Aberration chromatique ($\Delta E/E$) ↗
 ($\Delta E/E=10^{-4}$ à 30keV et 10^{-3} à 3keV)
 Effet Boersch (notamment FEG schottky)

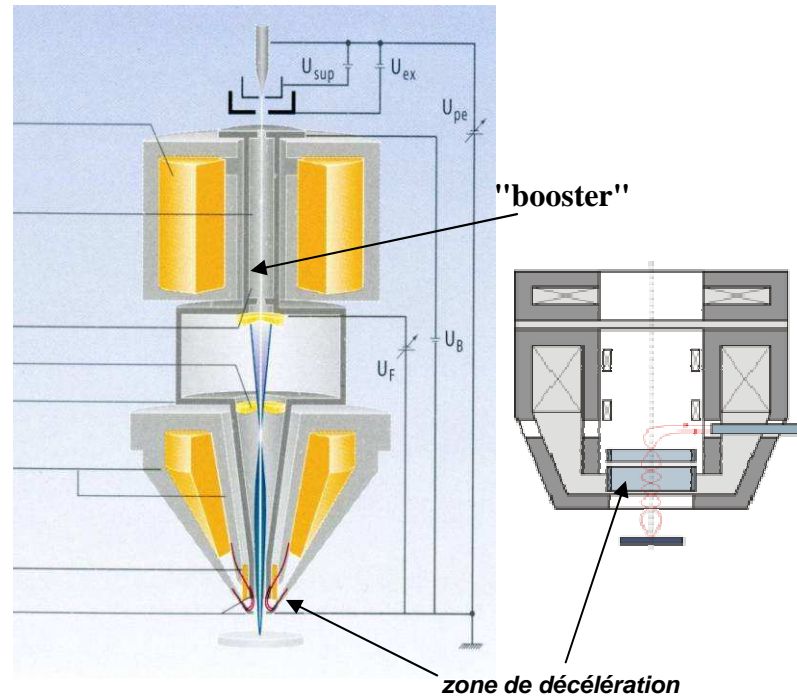
Résolution MEB FEG à 1 kV : 1,2 – 1,8 nm
 Résolution MEB W conventionnel à 1 kV : 15-20 nm

Exemples d'adaptation technologiques aux basses tensions (MEB FEG)

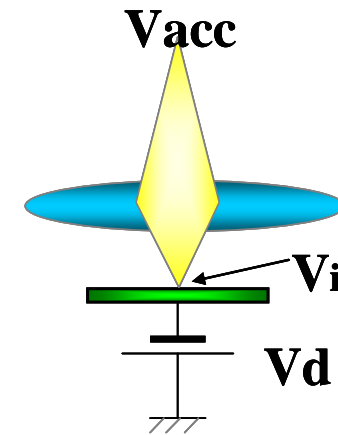
⇒ faire parcourir la colonne à une tension élevée et ralentir les électrons juste avant l'échantillon



Tube de coulomb



"Booster"



$$V_i = V_{acc} - V_d$$

Polarisation négative de l'échantillon
"Gentle beam" ou "beam deceleration"

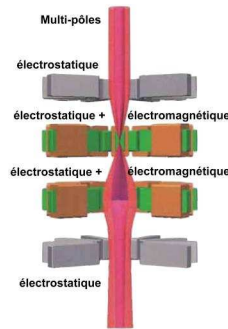
- Les électrons subissent une post-accélération puis sont décélérés pour retrouver la tension choisie
- Limitation des aberrations à basse tension
- Conservation de la résolution
- Utilisation en détection : possibilité d'imagerie à qq 100 de V.

Documents FEI, ZEISS, TESCAN, HITACHI, JEOL

Nouveaux développements ... des correcteurs d'aberration !

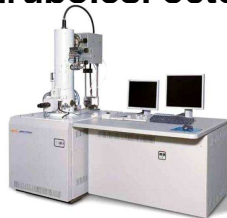
$$d^2 = M^2 d_0^2 + \frac{1}{4} \left(C_{sg} M^4 k^{\frac{3}{2}} + C_s \right)^2 \alpha^6 + \left(C_{cg} M^2 k^{\frac{3}{2}} + C_c \right)^2 \left(\frac{\Delta E}{E} \right)^2 \alpha^2 + \left(1,22 \frac{\lambda}{\alpha} \right)^2$$

Corriger l'aberration sphérique C_s



Correcteur CEOS (ensemble de multi-pôles)

Solution empruntée au MET :
Utilisation de lentilles non symétriques
(quadrupôles. octopôles)

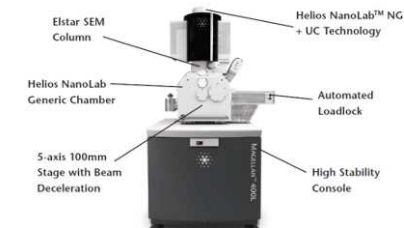
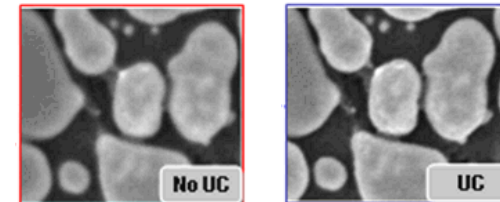


MEB FEG - Jeol JSM7700F
 Cathode froide (*documents Jeol*)
 Résolution annoncée : 0,6 nm @ 5 kV

Éliminer les composantes extrêmes
 de la dispersion énergétique

Dispersion énergétique < 0.2eV

Schottky-Mode UC (UniColore)



MEB FEG – FEI VERIOS
 Cathode chaude (*documents Fei*)
 Résolution sub-nanométrique
 0.6 nm de 2 à 30 k

Pourquoi vouloir travailler à basse tension ?

Historiquement, limiter les effets de charges (isolants)

Comment éliminer les effets de charges ?

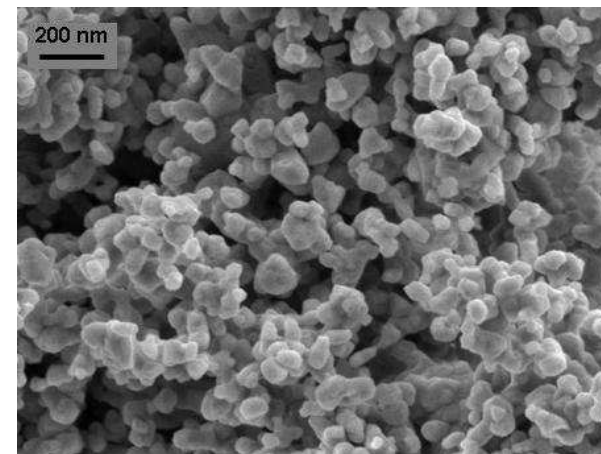
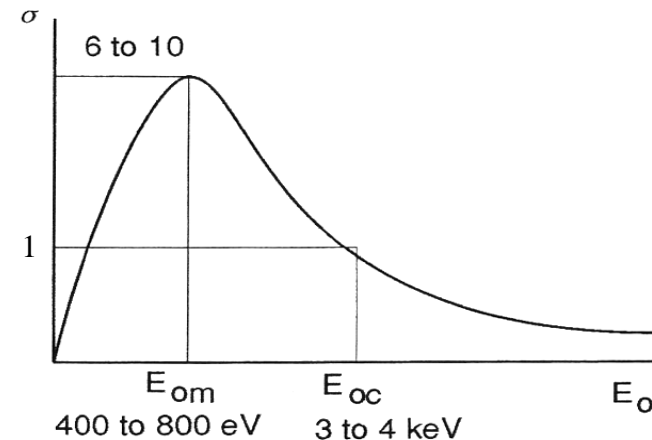
travailler à la tension d'équilibre du matériau i.e. à basse tension avec un MEB équipé d'un canon à effet de champ

Compétition entre :

- les électrons injectés dans l'échantillon par le faisceau primaire (*contribution à une charge négative*)

- et les électrons émis par l'échantillon (*contribution à une charge positive*)

► **Existence d'une tension d'équilibre comprise entre quelques centaines de volts et 3kV pour la majorité des matériaux isolants.**



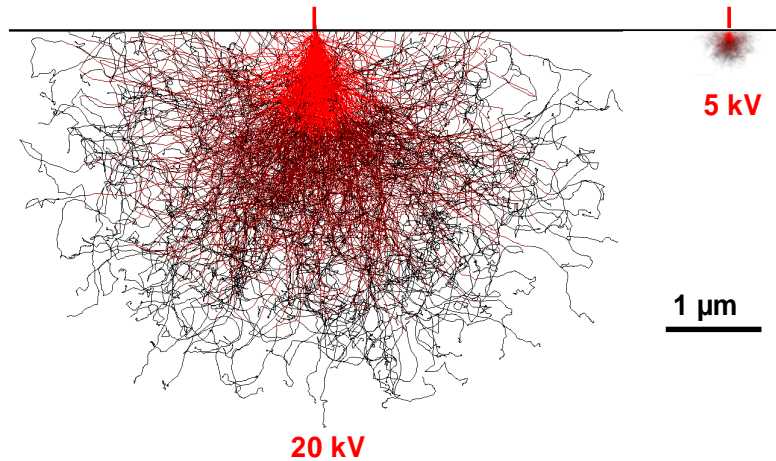
Poudres de chromites de lanthane $(La_{0.7}Sr_{0.3})CrO_3$

MEB FEG à cathode chaude
Echantillon non métallisé – SE à 3kV

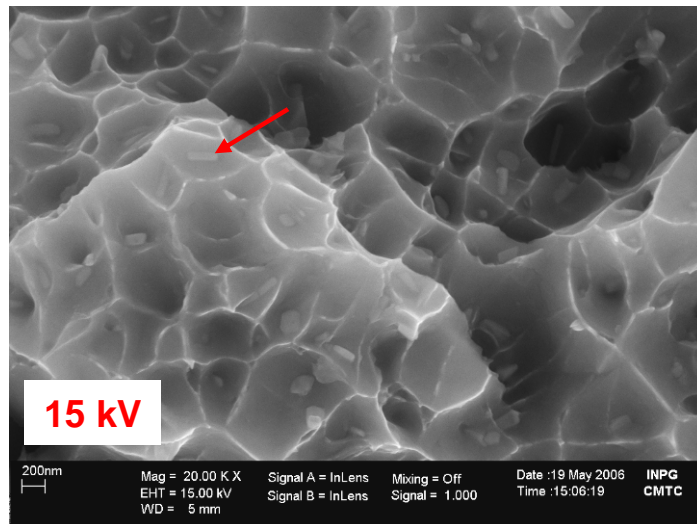
Grandissement MEB : x 50 000
(réf Polaroid)

Pourquoi vouloir travailler à basse tension ?

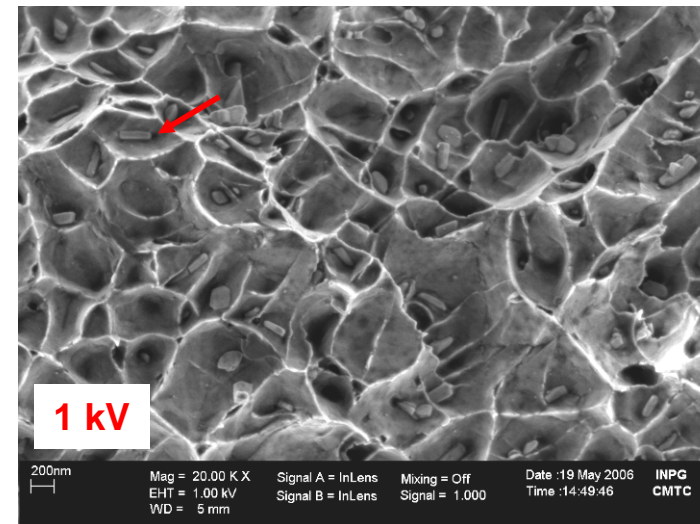
Limiter le volume des interactions électrons-matière !



Simulation du volume d'interaction dans Al à 20 kV et 5kV



Faciès de rupture alliage d'aluminium

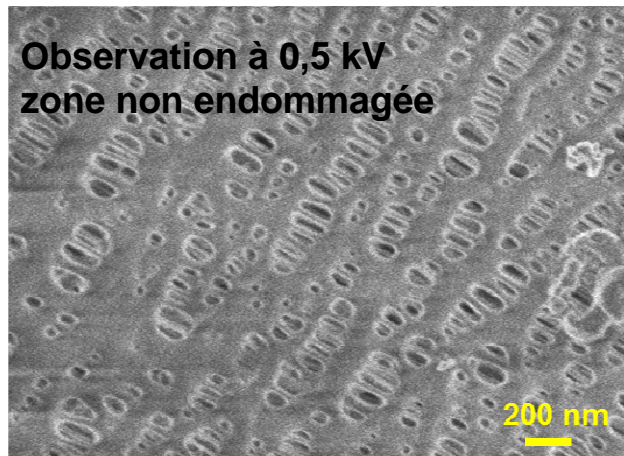
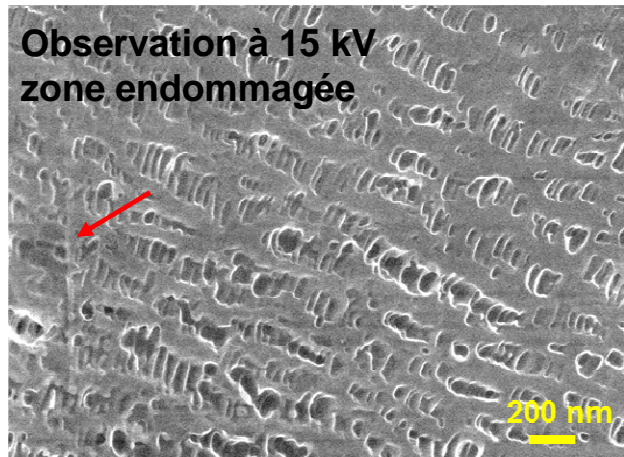


Images MEB FEG en SE
Grandissement MEB : x 20 000 (réf. Polaroid)

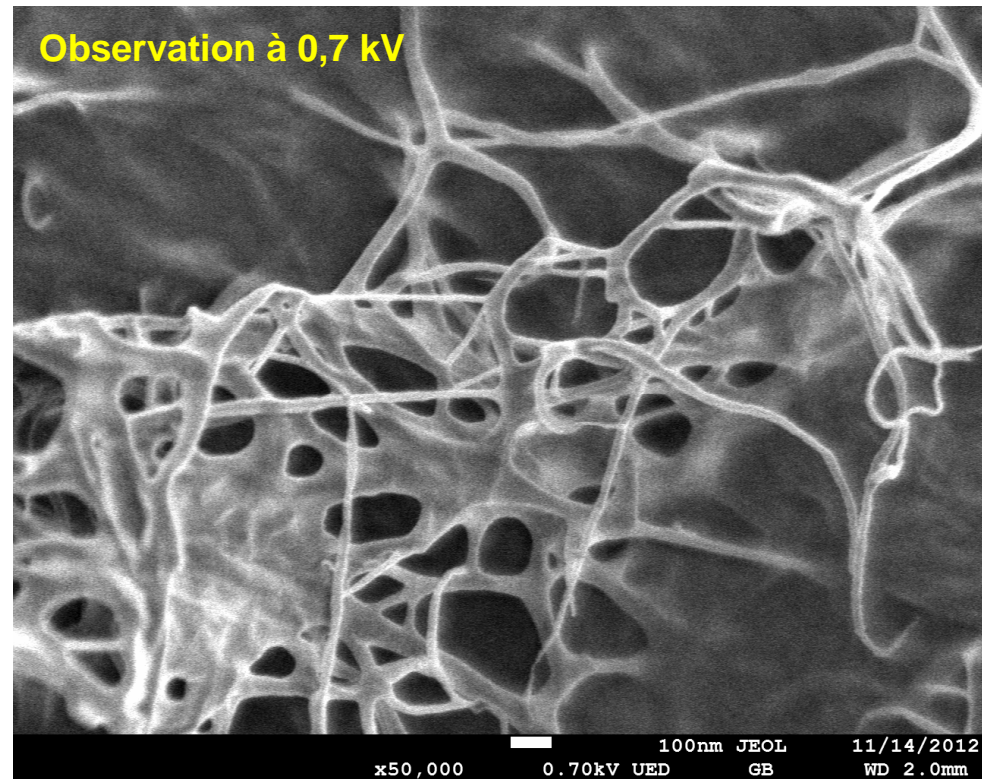
► une information plus proche de la surface de l'échantillon (plus de topographie de surface)

Pourquoi vouloir travailler à basse tension ?

Limiter la dose sur les échantillons fragiles !



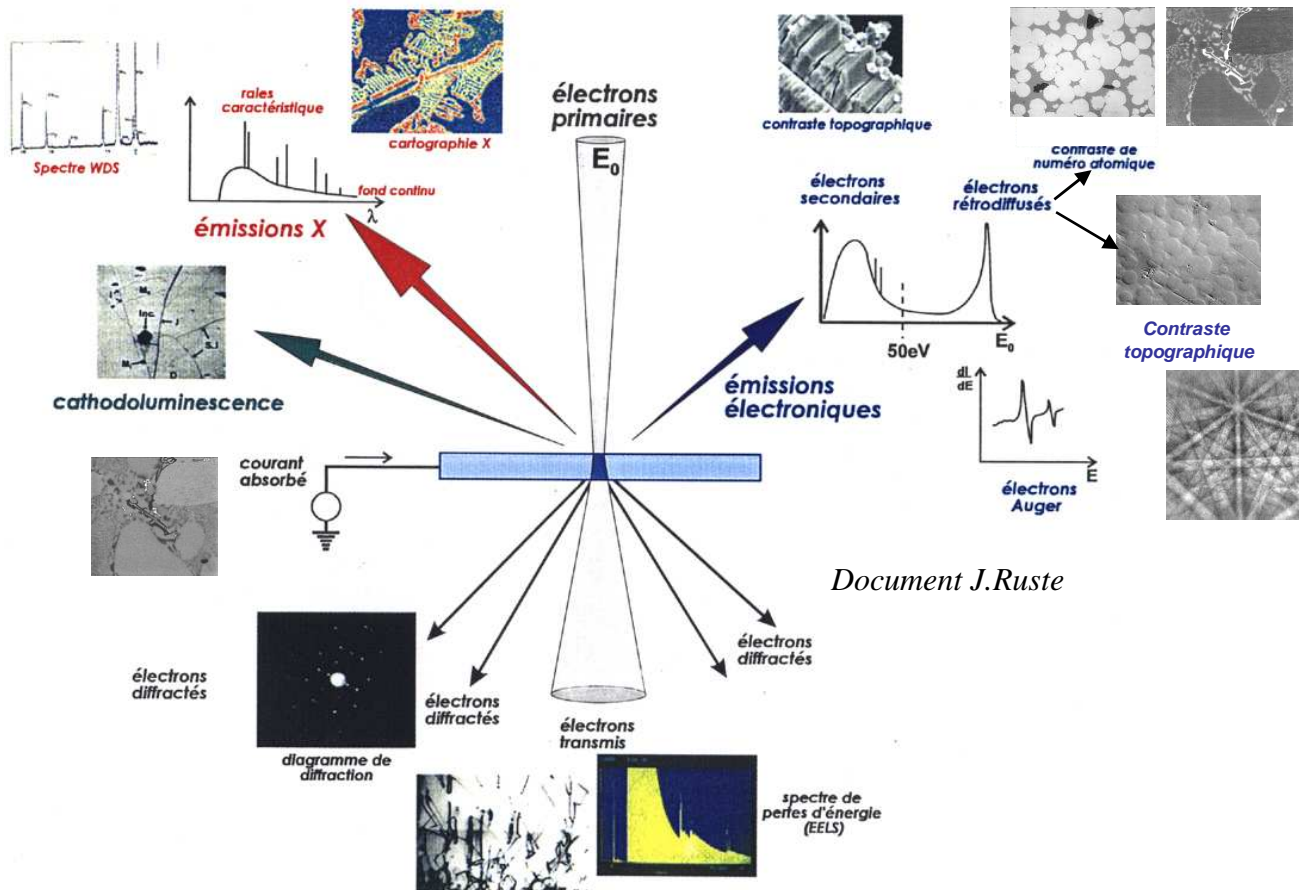
*Membrane polymère nanoporeuse
pour batteries lithium-ion*



Nano-fibrilles de cellulose (NFC)

► ne pas endommager les échantillons,
combinaison basse tension et faible courant
pour préserver l'information sur les
échantillons plus délicats et/ou moins
conducteurs

Rappels sur les interactions électrons-matière



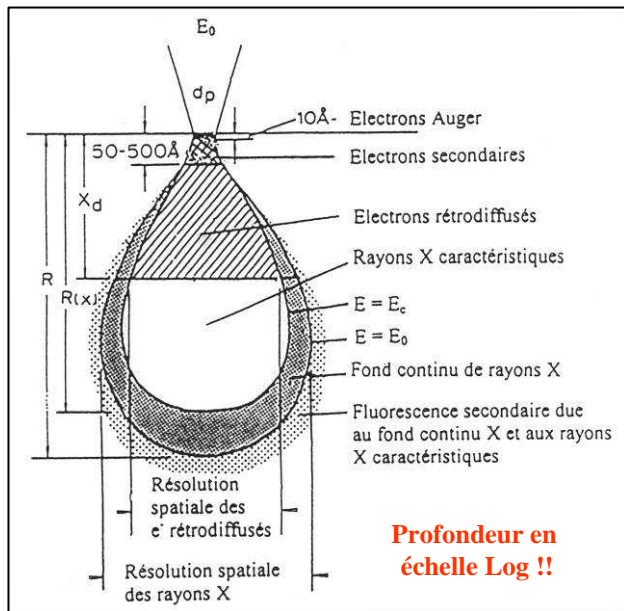
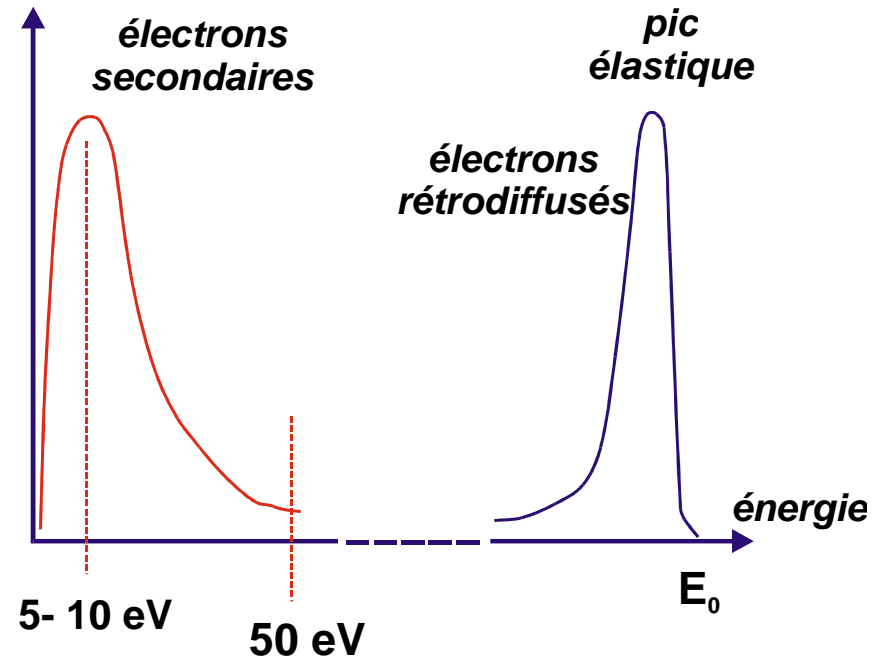
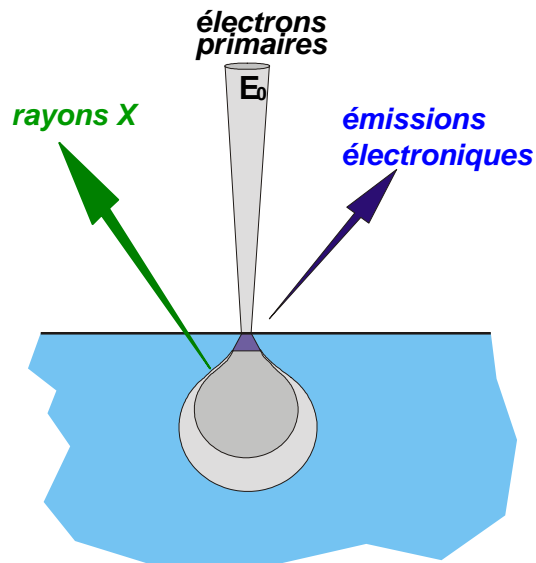
Vaste gamme de signaux :

- les électrons : secondaires, rétrodiffusés, Auger, absorbés, transmis,
- les photons : X, visible, UV, IR...
- les paires électrons-trous (semi-conducteurs)

Chaque signal a sa propre résolution spatiale

- A priori n'importe quel signal engendré par l'interaction peut-être utilisé, dans les limites imposées par 3 conditions :
- signal assez intense pour sortir du bruit (détecteur approprié...)
 - signal produit ou enregistré dans un temps assez court (par rapport à la vitesse de balayage)
 - signal traduisant une caractéristique utilisable et identifiable du point bombardé.

Rappel sur les électrons secondaires et rétrodiffusés



les électrons secondaires (SE)

- interactions inélastiques
- faible énergie (5 eV, <50eV)
- libre parcours moyen faible
- faible profondeur d'échappée

contraste topographique

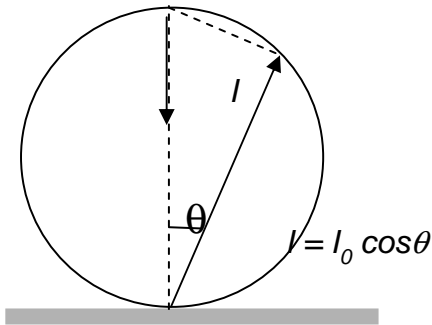
les électrons rétrodiffusés (BSE)

- interactions élastiques
- forte énergie (>50eV, E_0)
- libre parcours moyen plus grand
- profondeur d'échappée plus grande

contraste de composition
contraste topographique

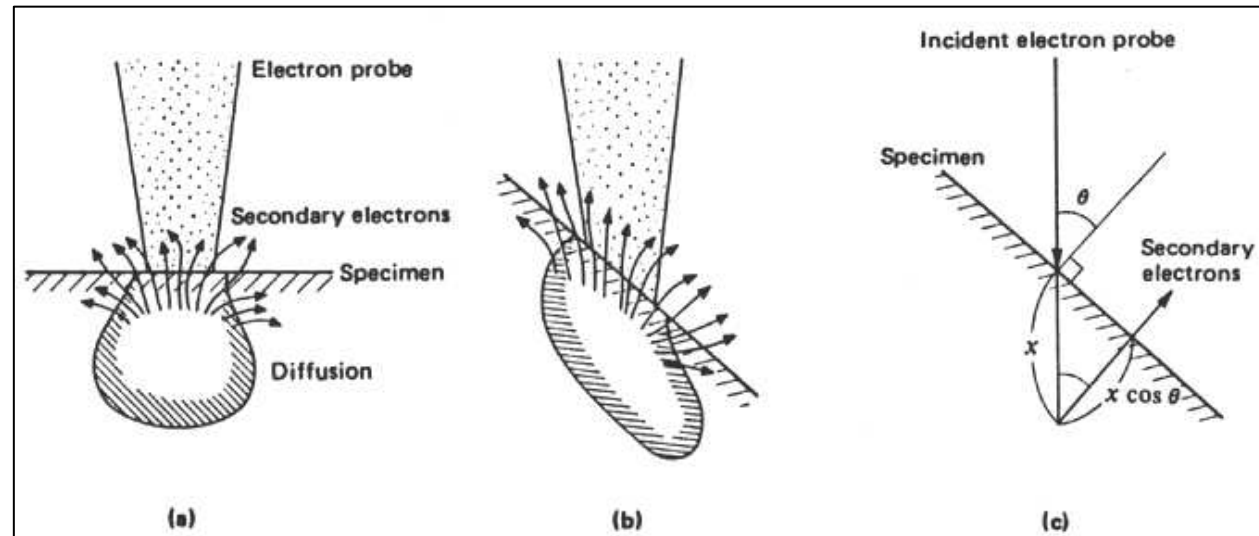
Interprétation des contrastes en électrons secondaires

Faisceau incident

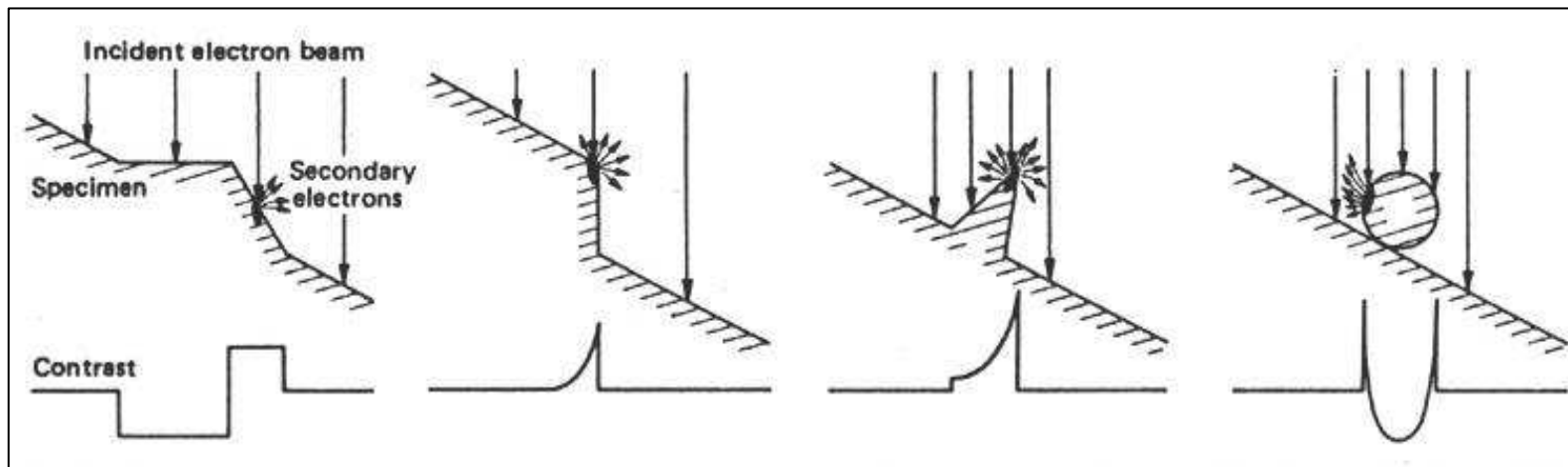


L'émission des SE suit une loi de Lambert (en cosinus)

Faible profondeur d'échappée

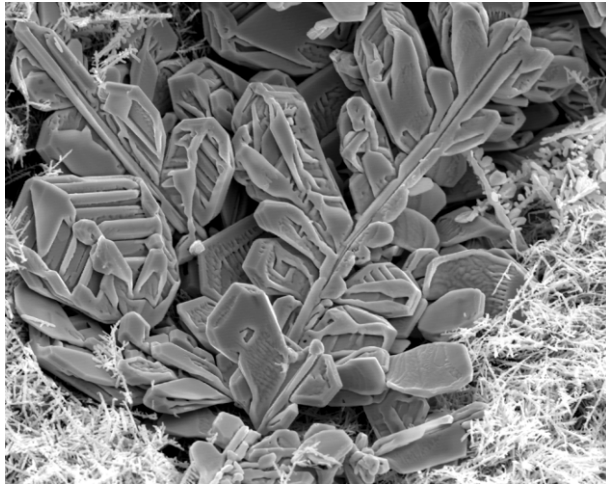


Emission des électrons secondaires en fonction de l'angle d'inclinaison de l'échantillon

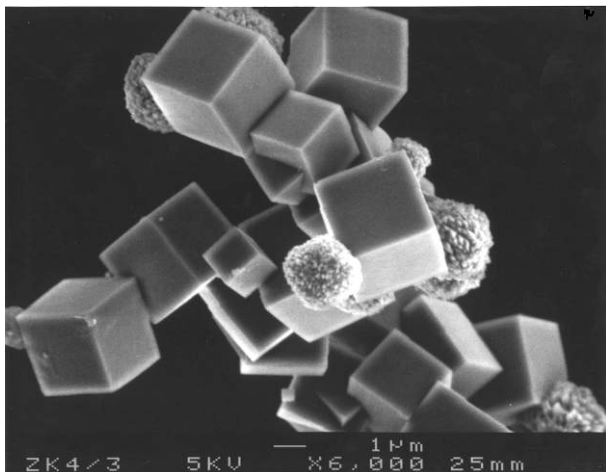
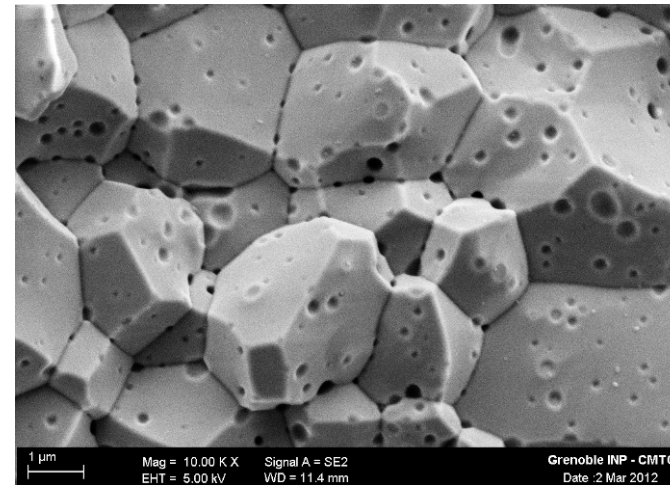


Configuration géométrique de la surface de l'échantillon expliquant les contrastes

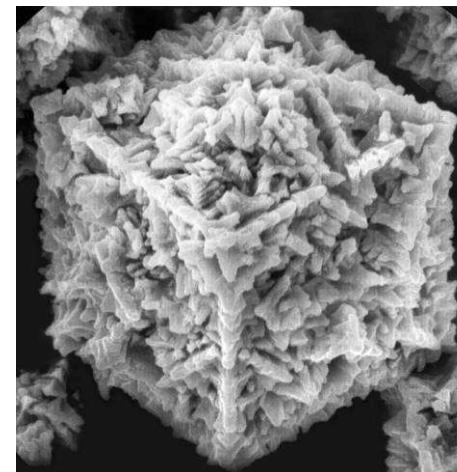
Quelques exemples ...



Cristaux d'Argent – 20kV – 15mm – x1000



Zéolithe (silicoaluminate) – 5kV – 25mm – x6000



Cube de Ni – 20kV – 25mm

► Les électrons secondaires donnent majoritairement un contraste topographique

Détection des électrons secondaires dans la chambre du MEB



Le détecteur d'Everhart et Thornley (1960) :

Un collecteur (« grille ») polarisé entre 200 et 400 V attire les électrons secondaires. Ils sont ensuite accélérés sous un champ de 10 à 12kV vers un photo-scintillateur qui les transforme en photons. Canalisés par un guide lumière ces photons sont transformés en électrons par une photo cathode qui forme la fenêtre d'entrée d'un tube photo-multiplicateur (PM).

Le facteur d'amplification peut dépasser 10^6 .

Fort taux d'amplification 10^5 à 10^7 associé à un faible niveau de bruit

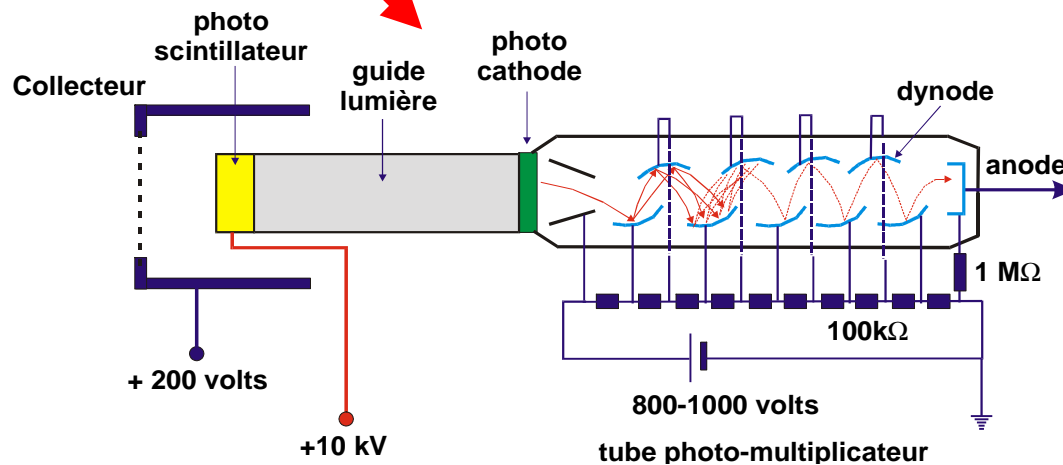
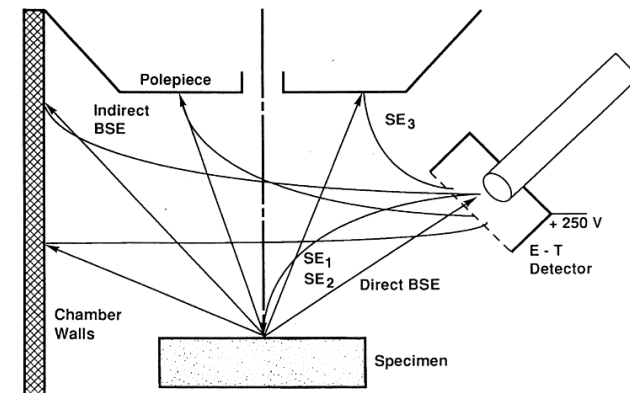


Schéma d'un détecteur Ev-T



Collecte aussi bien les SE I, SE II, SE III et des BSE !

Présent systématiquement
Permet d'effectuer des observations à vitesse TV

Réf : Travaux de Ludwig Reimer, Peters

Interprétation des contrastes en électrons rétrodiffusés

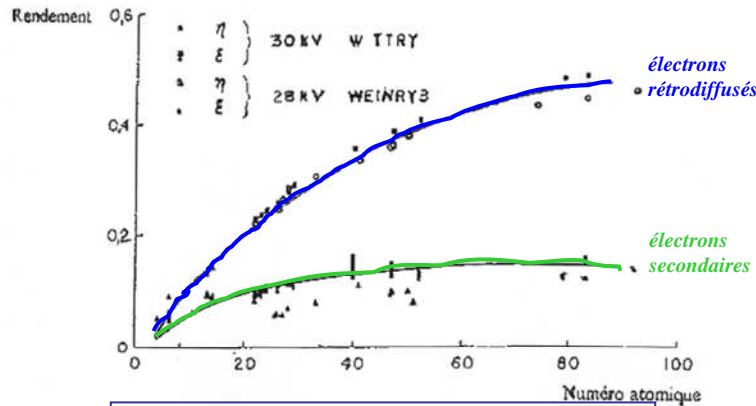
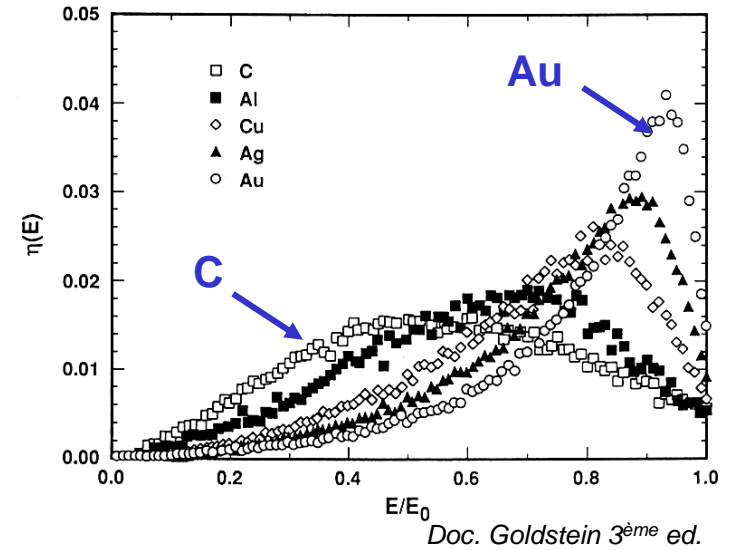
Les électrons rétrodiffusés sont des électrons d'énergie élevée

Garder à l'esprit :

ces électrons ne peuvent pas être attirés sans perturber le faisceau primaire

► position du détecteur + angle solide de collecte

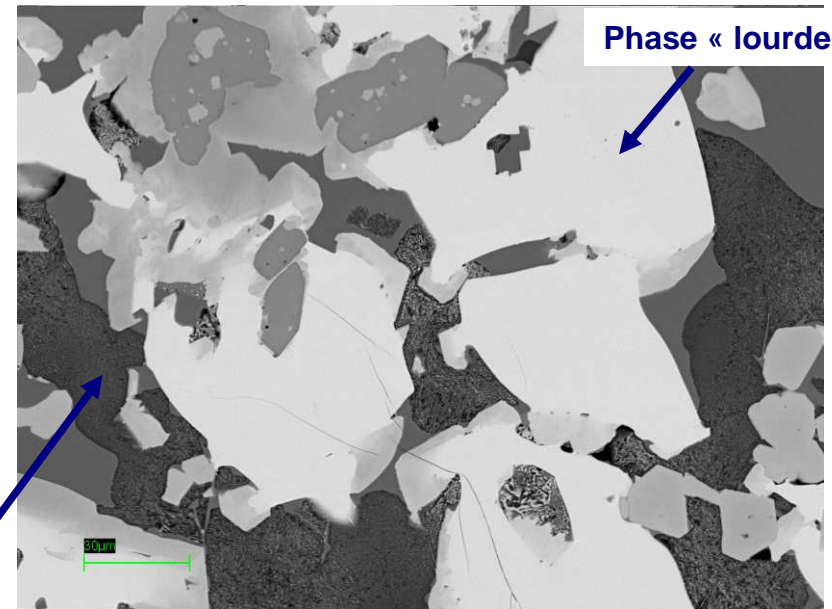
L'émission des électrons rétrodiffusés varie en fonction du matériau



Forte variation de la rétrodiffusion avec Z

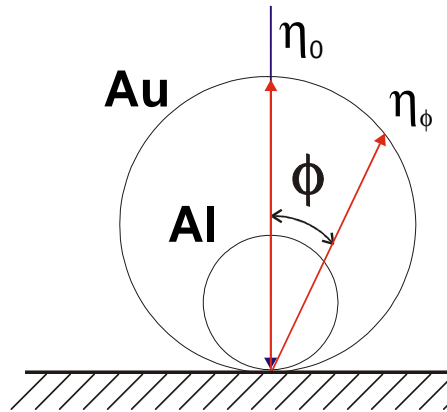
► **Contraste de composition chimique**

Phase « légère »

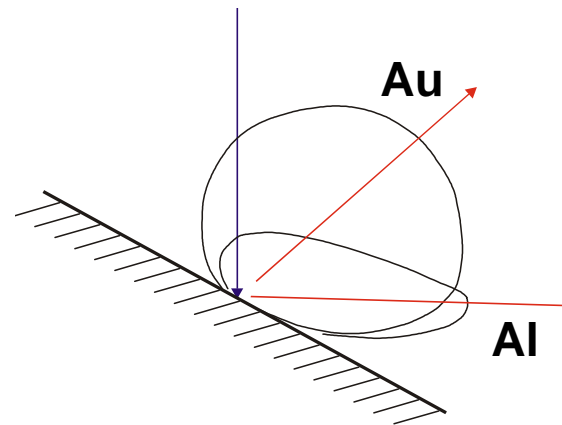


Echantillon multiphasé métallique

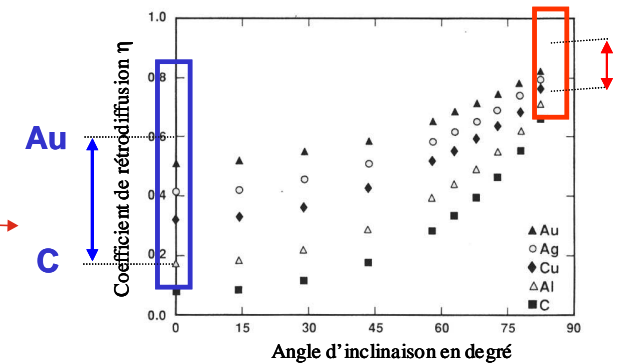
Influence de la topographie de l'échantillon sur l'émission BSE



L'émission des SE suit une loi de Lambert à plat (en cosinus)



Emission des électrons rétrodiffusés en fonction de l'angle d'inclinaison de l'échantillon



► Augmentation du contraste topographique
Mais diminution du contraste chimique

Echantillon à relief : attention à l'interprétation des images en électrons rétrodiffusés :

Contraste de composition

+

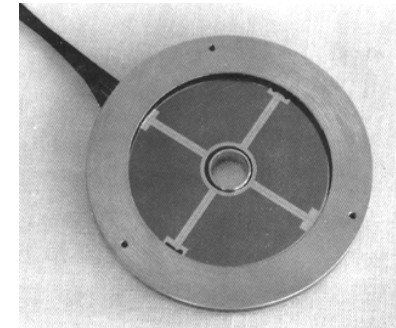
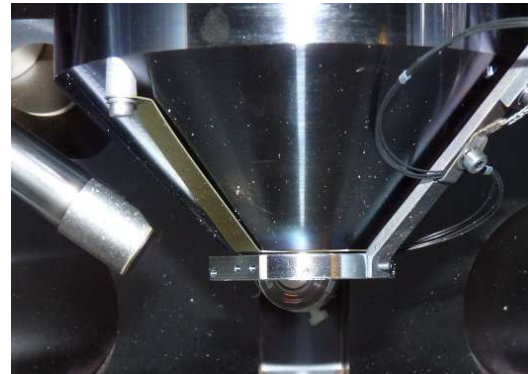
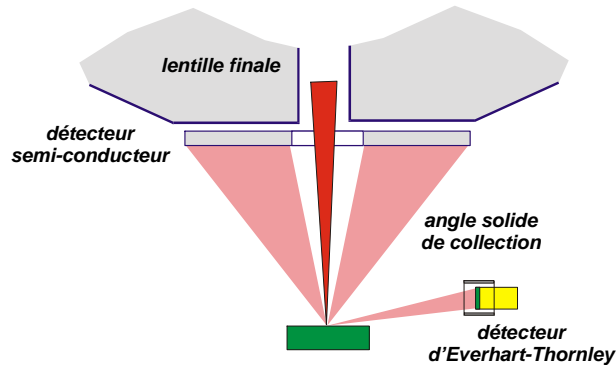
Contraste de topographie

Détection des électrons rétrodiffusés dans la chambre du MEB

Deux grandes familles :

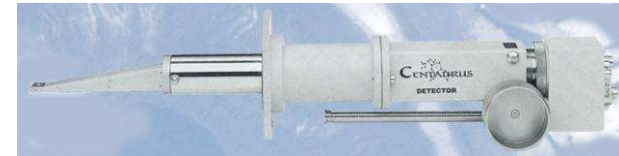
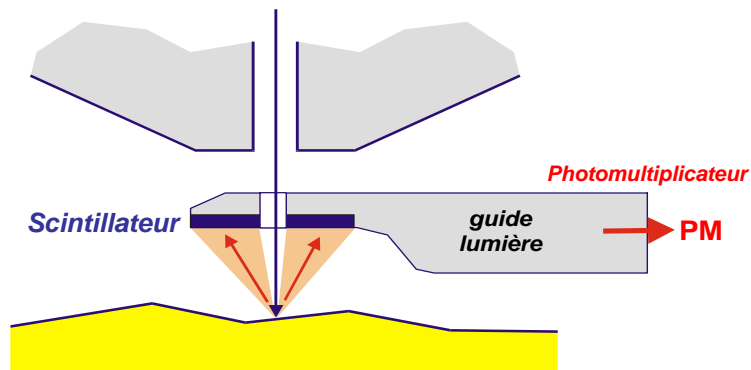
Les détecteurs à semi-conducteurs

Ils sont caractérisés par la présence d'une jonction type diode Si (paires électrons-trous)



Les détecteurs à scintillateur

Ces détecteurs sont caractérisés par une conversion électrons-photons

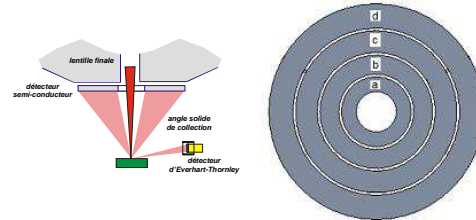
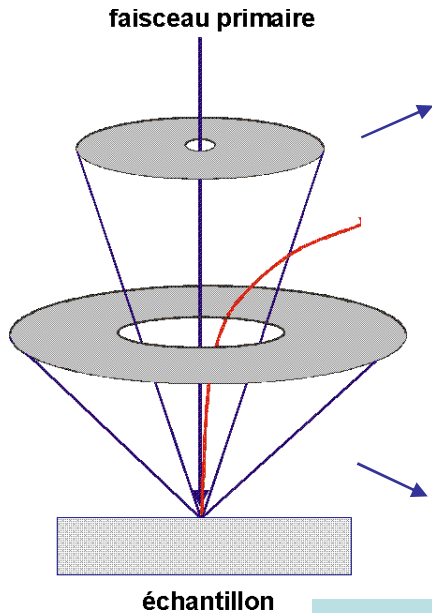


Grande variété de détecteurs à scintillateur
Détecteurs Autrata, Robinson et Centaurus

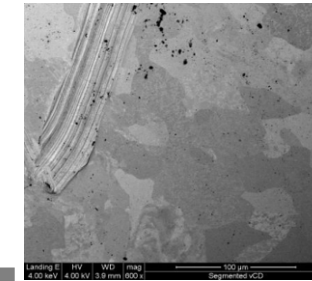
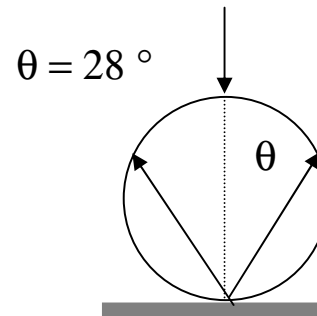
► placés systématiquement sous la lentille objectif → meilleur angle solide de collecte

Influence de l'angle solide de collecte des BSE sur l'image

Collecte des électrons rétrodiffusés sous faible angle d'émission :
Renforcement du contraste de composition chimique :



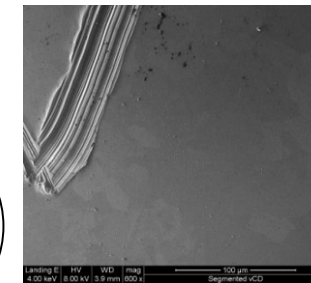
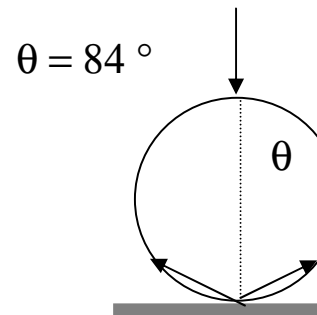
Collecte des électrons rétrodiffusés sous grand angle d'émission :
Renforcement du contraste de topographie :



Composante chimique
Importante

Segment central

Ex : Détecteur Solide Annulaire (Documents FEI)
Filtrage par segmentation annulaire



Composante topographique
Importante

Segment extérieur

Doc Lich et al, M&M2010

Contraste : fonction de l'angle solide de collecte des électrons rétrodiffusés BSE

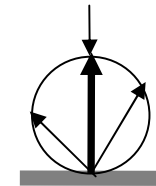
Tendance ► filtrage angulaire

Les détecteurs d'électrons dans la colonne

**(détecteurs In-Lens
ou Through the Lens)**

Pourquoi mettre des détecteurs dans la colonne ?

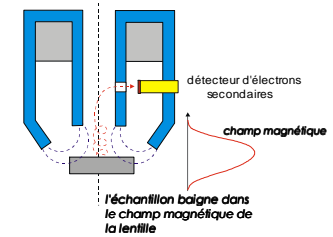
- Rendement d'émission des électrons SE et BSE est maximum dans l'axe du faisceau
- Tendance : distances de travail (WD) courtes voire très courtes – cas MEB FEG
- Des lentilles objectives qui sont des « ascenseurs » à électrons SE et BSE – cas MEB FEG



Lentille objectif à immersion totale (pour MEB-FEG)
L'échantillon baigne dans le champ magnétique de la lentille objectif

Lentille objectif à immersion de type Snorkel (pour MEB-FEG)
L'échantillon baigne dans le champ magnétique (ou champ électrique) à faible distance de travail

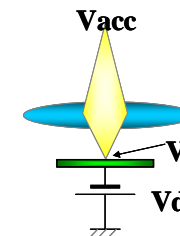
Lentille objectif électrostatique (pour MEB-FEG)
Couplage lentille électromagnétique et lentille électrostatique



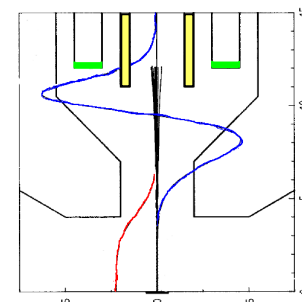
- Polarisation négative de l'échantillon "Gentle beam" ou "beam deceleration »

► Les électrons secondaires et rétrodiffusés subissent une accélération verticale

► Les électrons secondaires s'enroulent en spirale le long du faisceau primaire



$$V_i = V_{acc} - V_d$$



Simulation des trajectoires des électrons secondaires

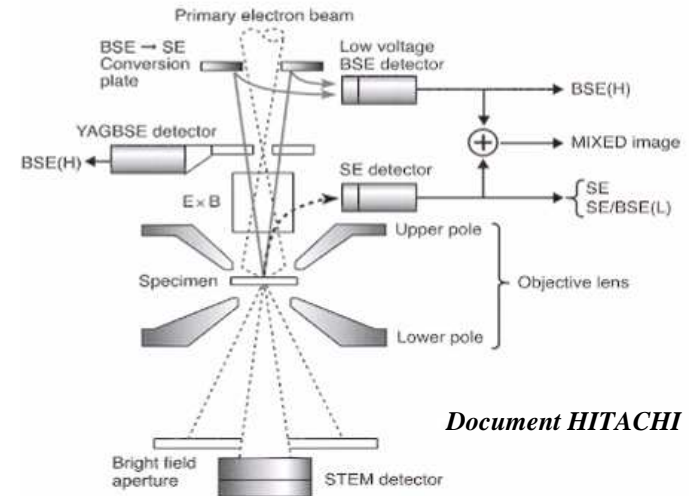
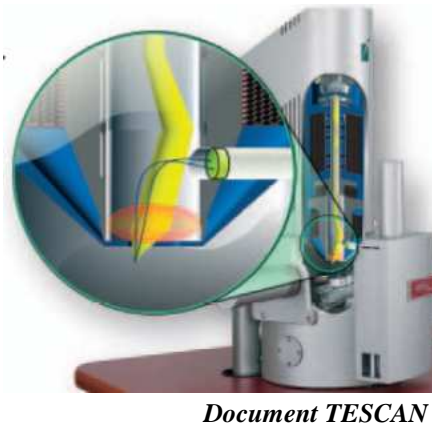
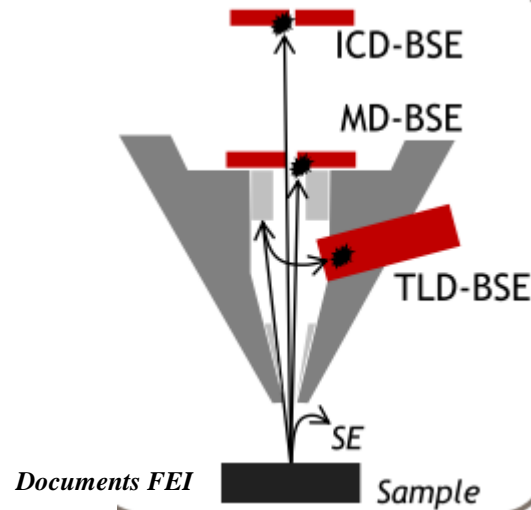
Détecteurs présents sur les MEB FEG (résolution)

Historiquement Détecteur SE In-lens puis BSE in-lens

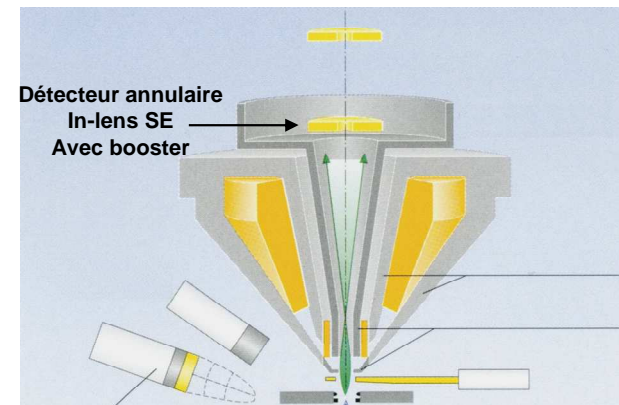
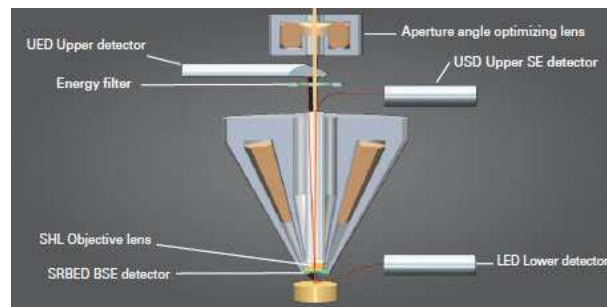
Handbook of Charged Particle Optics, Ed. J. Orlof, CRC Press, 1997

Exemples de solution de détection d'électrons secondaires dans la colonne

Différentes dénominations : détecteurs In-Lens, Through the Lens Detectors, Upper detectors



*Documents FEI,
ZEISS,
TESCAN,
HITACHI, JEOL*



Détecteur latéral de type Everhart Thornley ou annulaire de type scintillateur

Influence de la géométrie de détection et de l'angle solide de collecte

Images MEB FEG
Membrane Polymère



Image SE – Détecteur dans la colonne

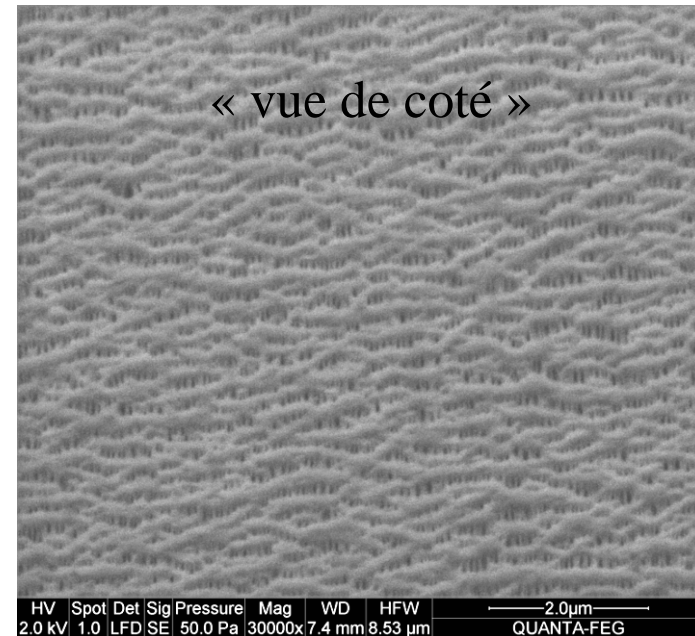


Image SE - Détecteur Everhart Thornley

► La position des détecteurs dans la colonne a tendance à « écraser » la perception des reliefs en supprimant la plus grosse partie des ombrages

Images complémentaires

Influence sur la qualité de l'image en électrons secondaires

Influence du détecteur

Images MEB FEG à 20 kV
Grandissement MEB : x 20 000 (référence Polaroid)

Images F. Grillon – FEG Zeiss

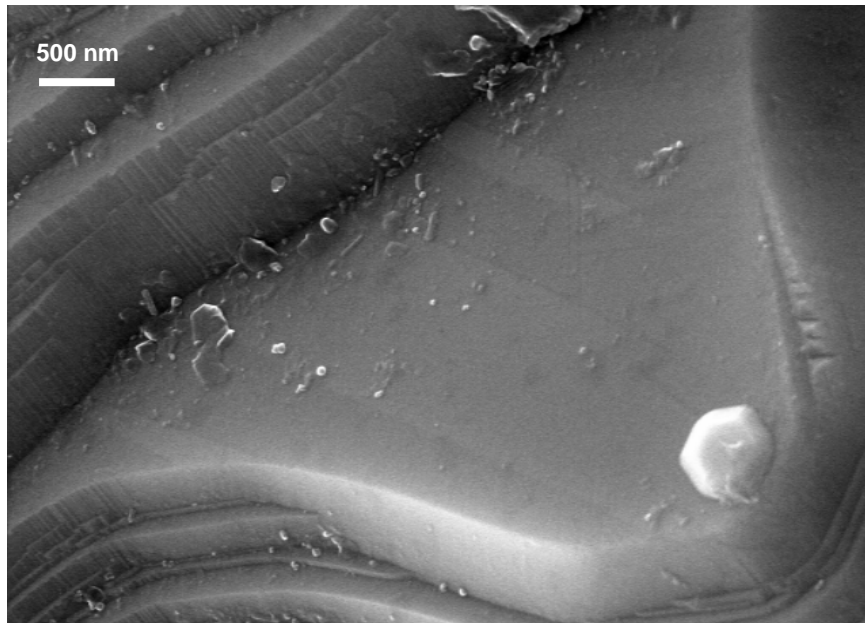


Image SE – Détecteur dans la colonne
Image constituée en majorité de SE1 et SE2

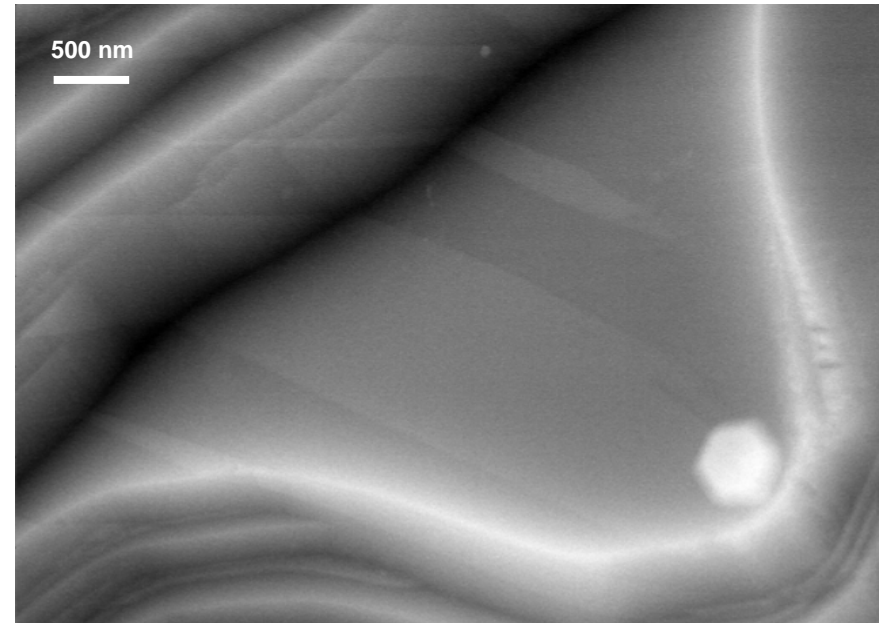


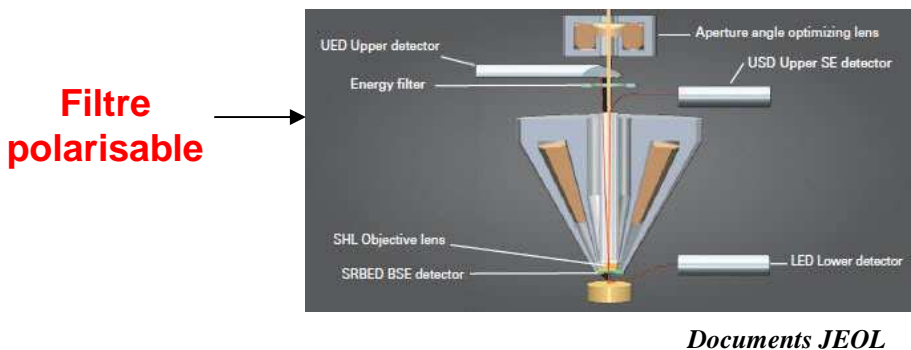
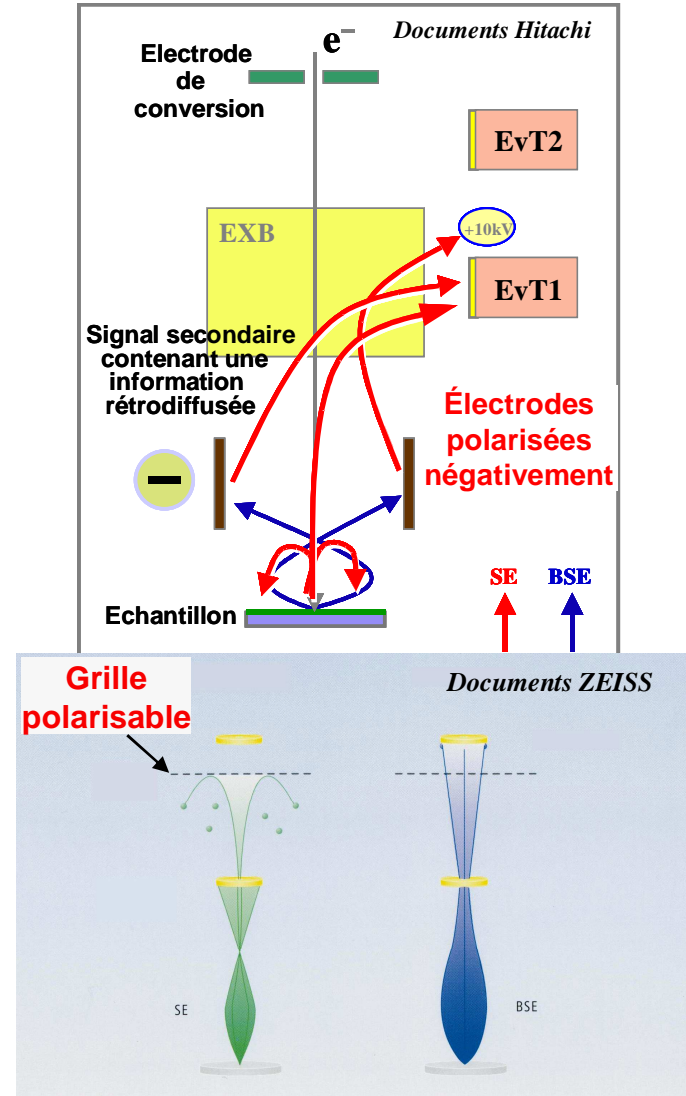
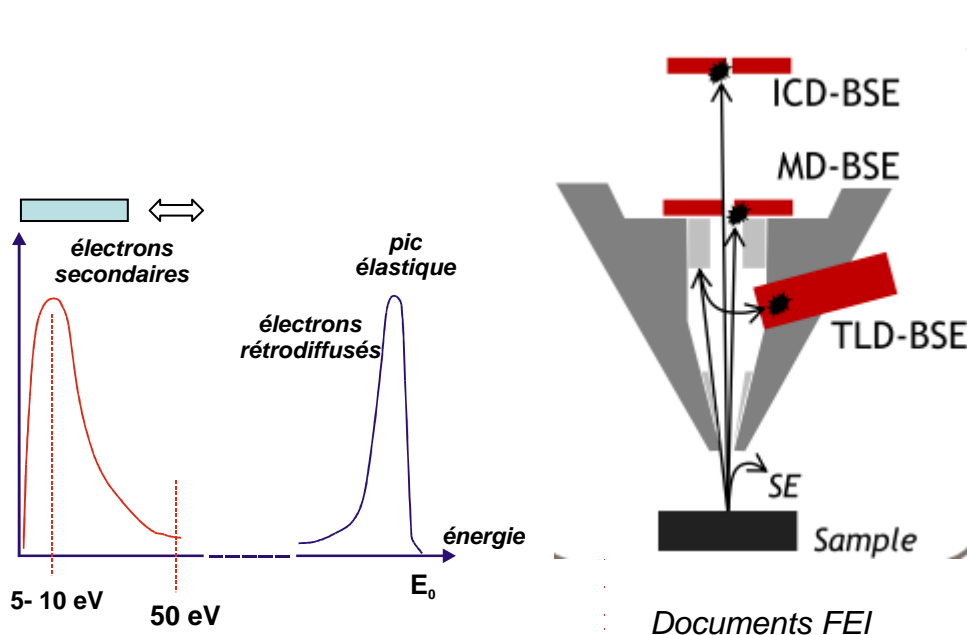
Image SE - Détecteur Everhart Thornley
Image dégradée par collection des SE3

► Détecteur dans la colonne : amélioration de la topographie de surface

Collecte des électrons secondaires plus sélective

Filtrage en énergie et image BSE

Quelques solutions de filtrage des électrons dans la colonne pour la détection des rétrodiffusés



- ▶ Détecteur mixte SE/BSE ou dédié BSE
- ▶ Tendance filtrage angulaire (plusieurs étages de détection)

Documents FEI, ZEISS, HITACHI, JEOL

Exemple de filtrage : de l'image SE à l'image BSE

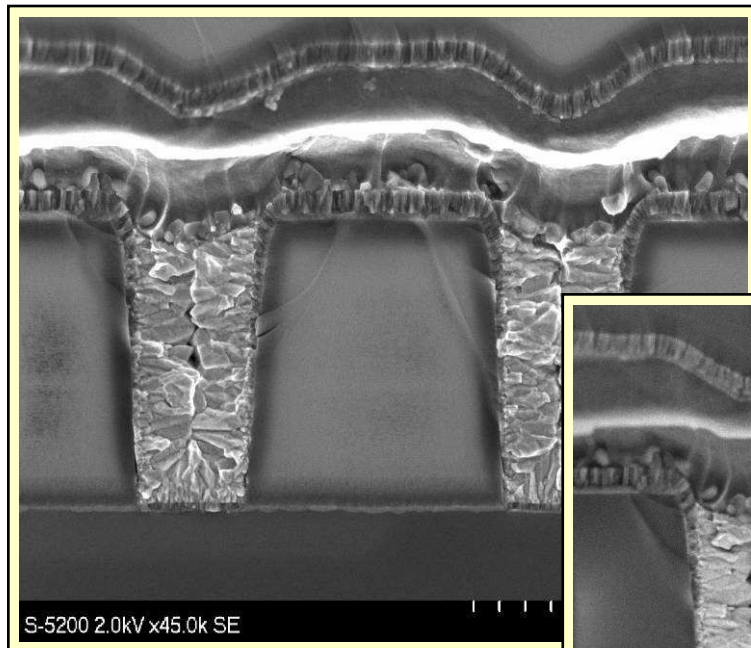


Image SE In-Lens

2 kV

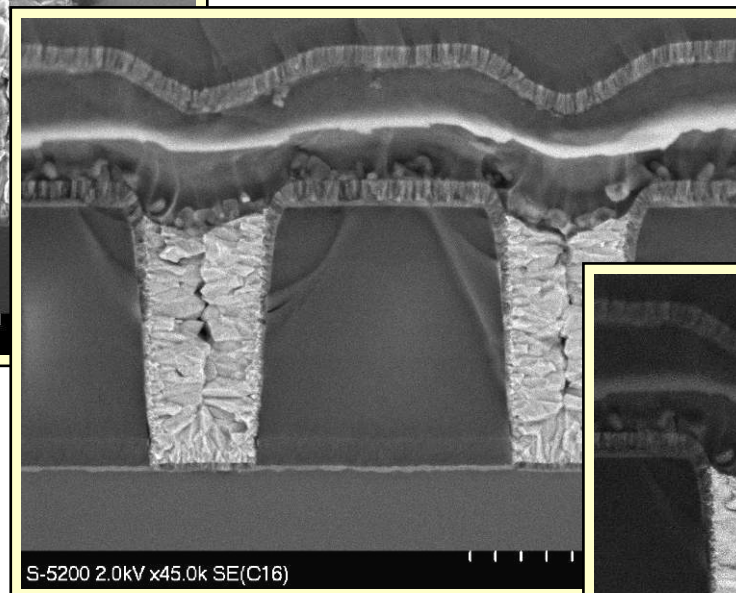


Image filtrée

► **Tendance : faire de l'imagerie BSE à basse tension voire très basse tension**

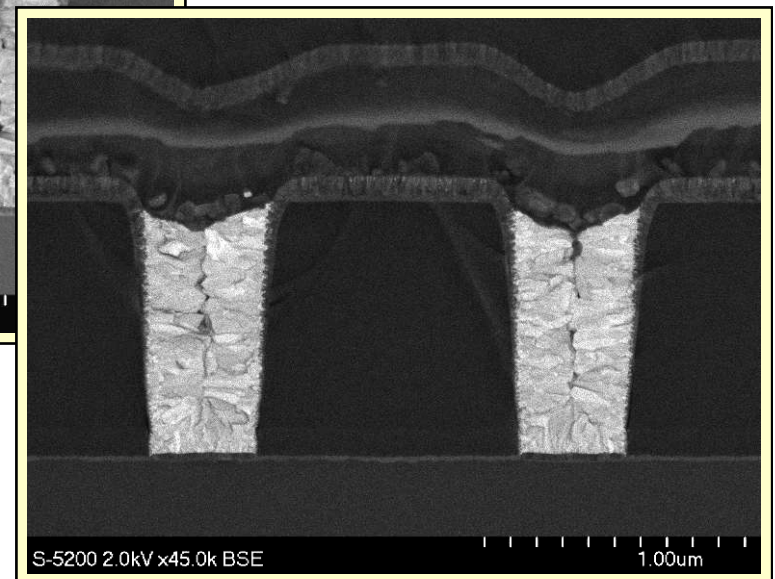
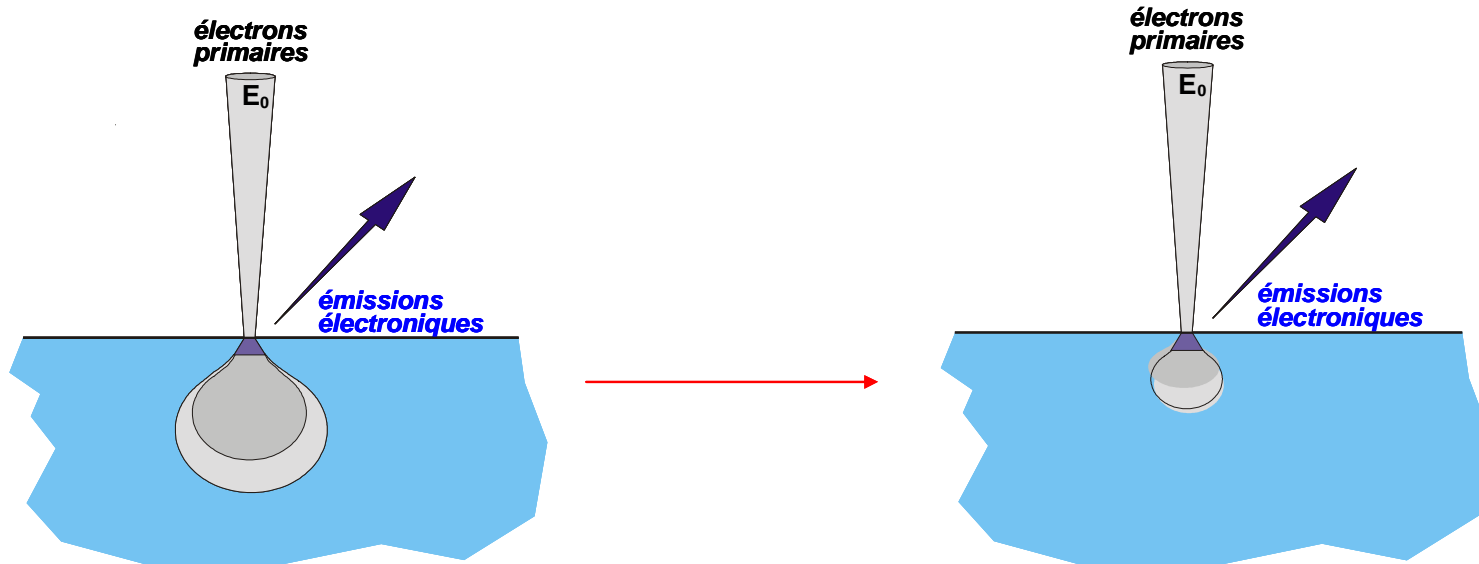


Image BSE

Images Hitachi

Pourquoi vouloir travailler à basse tension en BSE ?



Volume de la poire à haute tension

Volume de la poire à basse tension

► La résolution spatiale des images BSE s'améliore en baissant la tension

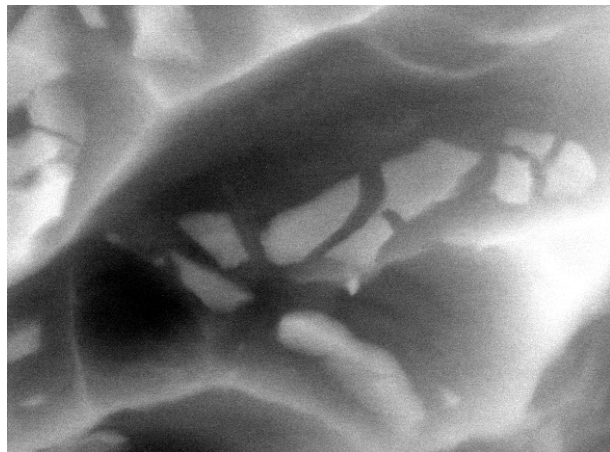


Image BSE – 15kV

Faciès de rupture alliage Al

Images MEB FEG
Grandissement MEB :
x 75 000 (référence Polaroid)

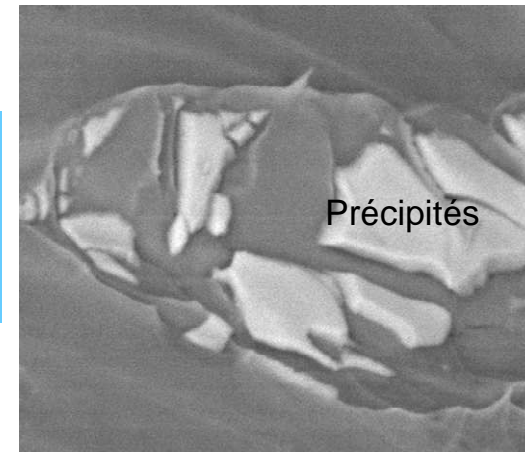
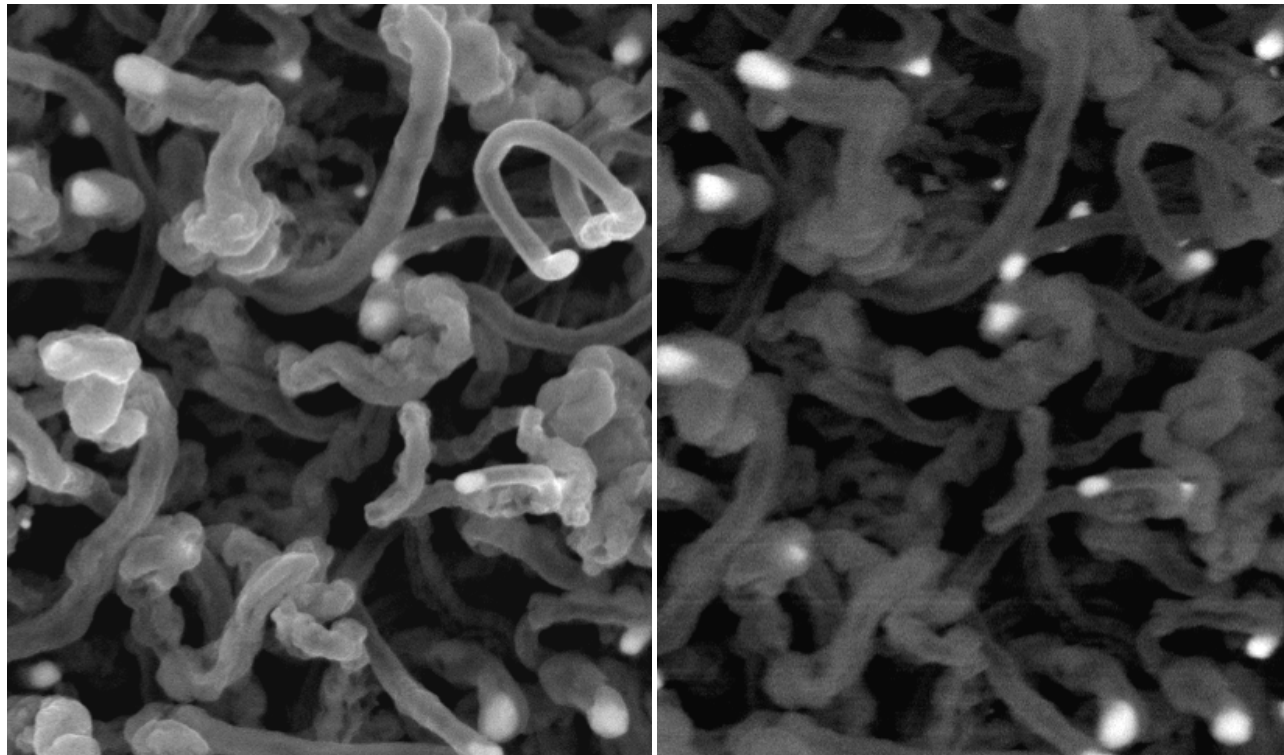


Image BSE – 3kV

Exemple d'images SE et BSE à basse tension



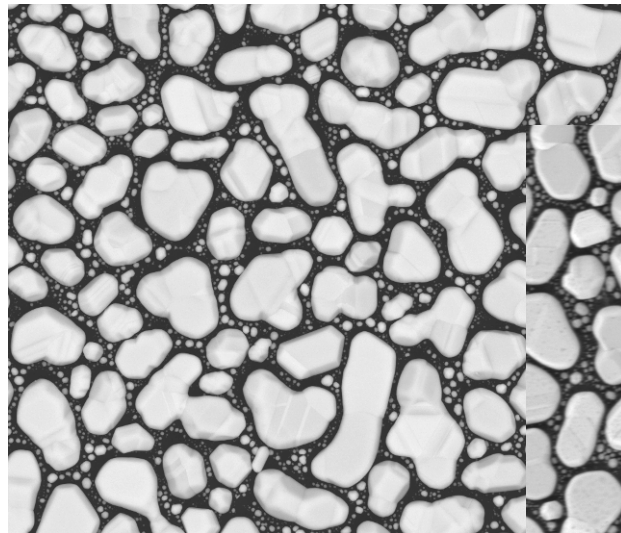
SE

BSE

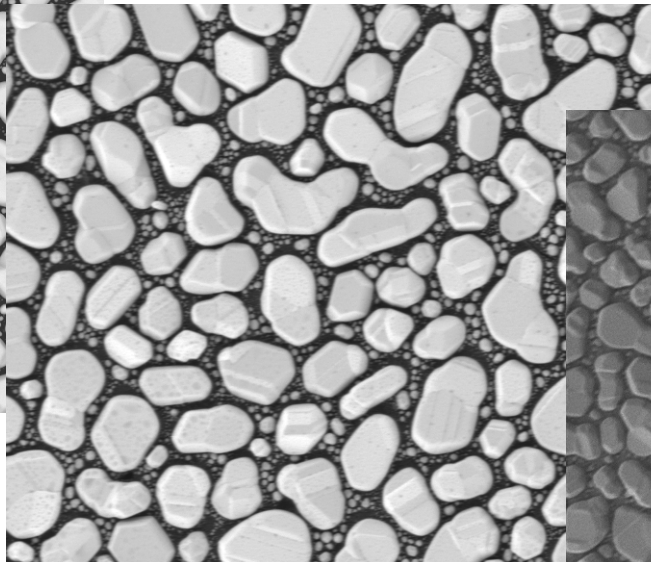
Nanotubes de Carbone
Images MEB FEG à 4 kV
Grandissement MEB :
x 75 000 (référence Polaroid)

Exemple d'images à "très" basse tension !

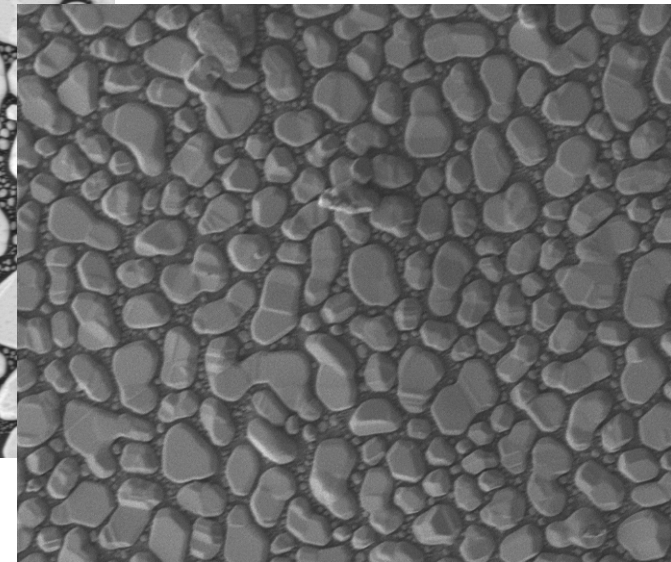
Images BSE de grains d'or sur carbone



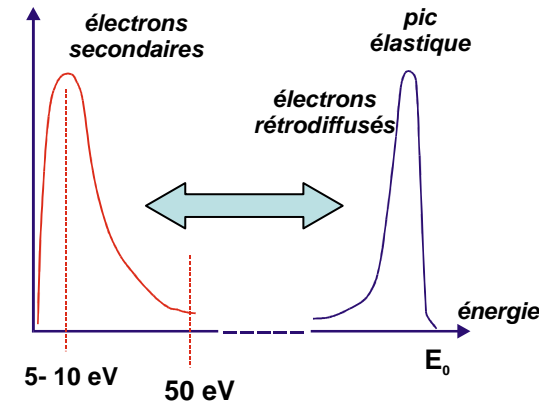
15 kV



1 kV



50 V



Attention à l'interprétation de l'image à très basse tension (contraste) !!!
Ce n'est plus seulement une problématique de résolution mais
d'interprétation des informations
Cf : travaux de J. Cazaux

Focus

Microscopie électronique à balayage à pression contrôlée

MEB à pression contrôlée

Pourquoi augmenter la pression dans la chambre du microscope ?

En premier lieu pour observer des échantillons non conducteurs !

⇒ Effets de "charge"

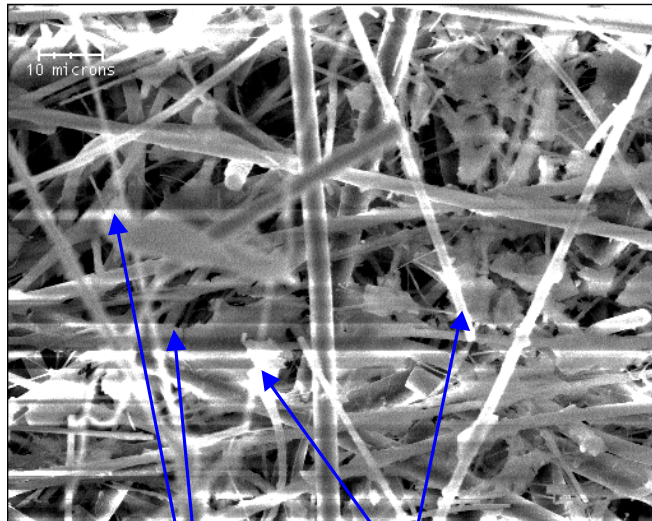
- ◆ accumulation de charges en surface de l'échantillon
- ◆ charges dues à la différence entre la profondeur de pénétration des électrons du faisceau primaire et à la profondeur d'échappée des électrons secondaires

⇒ Nombreux artéfacts en imagerie et en microanalyse X ...

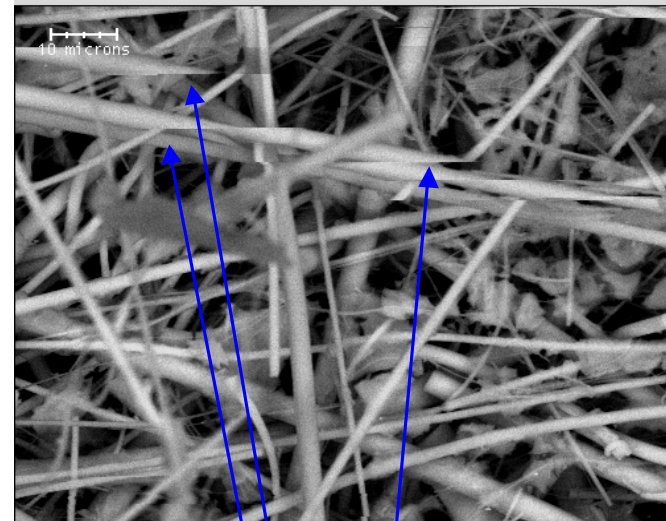
ou imagerie rendue impossible selon la nature de l'échantillon !

⇒ Exemple :

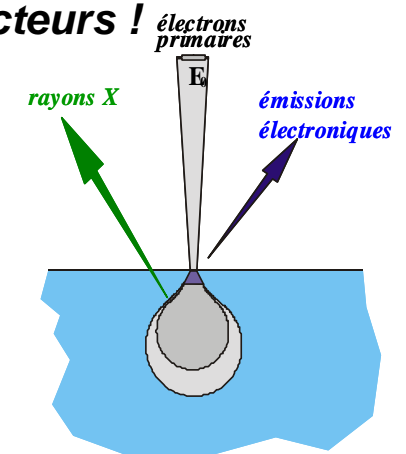
Fibres de verre observées sans métallisation à 20kV (Images SE et BSE)



lignes plus ou moins brillantes
zones très contrastées



coupures d'images



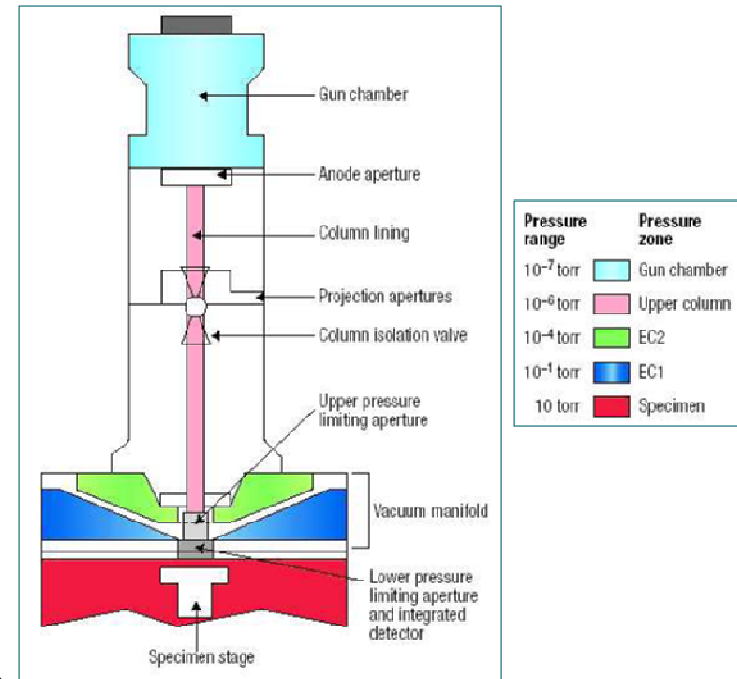
Comment augmenter la pression dans la chambre ?

Maintien d'un vide poussé ou "haut vide" pour l'émission électronique au canon, 10^{-9} torr pour un FEG Schottky

Création d'un vide différentiel dans la colonne, grâce à l'installation de **diaphragmes limiteurs de pression (PLA Pressure Limiting Aperture)** à différents niveaux de la colonne – Pompage différentiel

Il existe diverses dénominations:

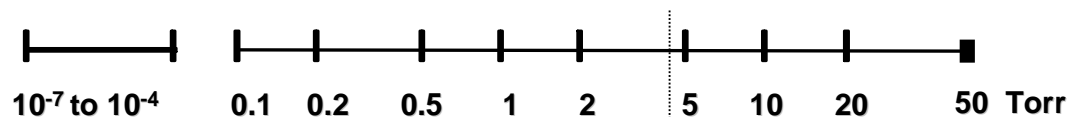
⇒ PC (Pression contrôlée), VP (Variable Pressure), Pression Variable, LV (Low Vacuum), ESEM, Environnemental ...



Donald, Nature Materials 2003

Vide en Torr

(1 Torr = 133 Pascal = 1.33 mBar)



Environnemental SEM



Low-vacuum SEM



Conventional SEM



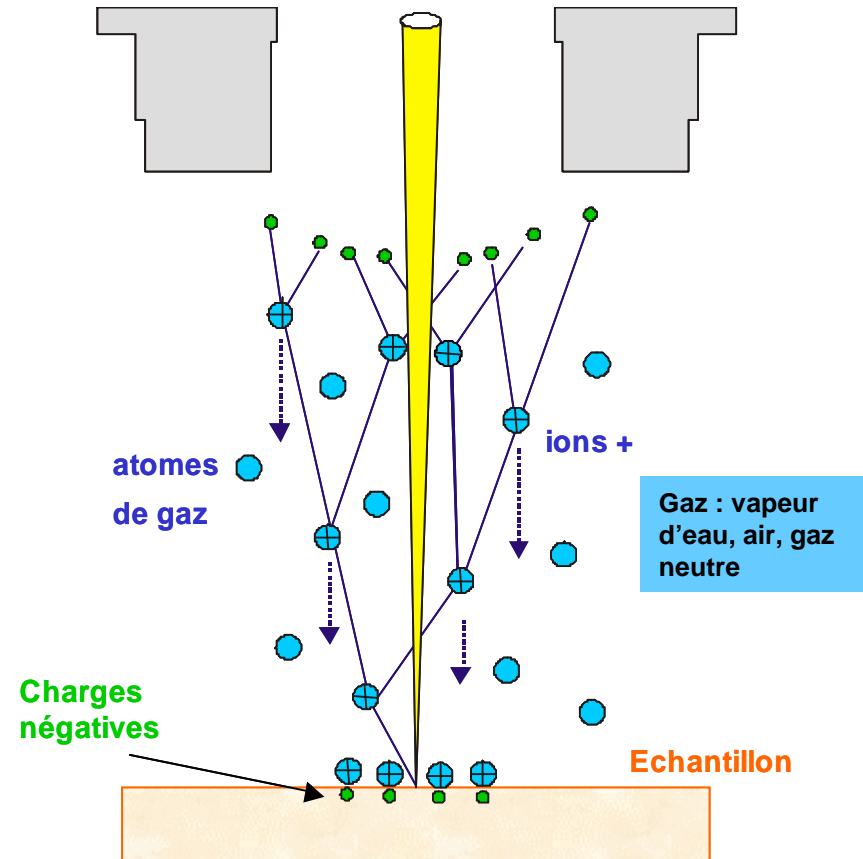
4.6 Torr (612 Pa)
(minimum pour 100%
d'humidité relative)

⇒ Low Vacuum (Faible Vide) : jusqu'à 2-3 Torr (200 - 400 Pa)

⇒ ESEM (Environnemental) : jusqu'à 30 Torr (4000 Pa)

Principe du MEB à pression contrôlée

- ⇒ Lors de l'interaction du faisceau d'électrons avec le gaz de l'enceinte, il y a création d'ions positifs.
- ⇒ Ces ions positifs vont annihiler les charges négatives présentes en surface de l'échantillon (neutralisation totale ou partielle de la surface)
- ⇒ Observation d'échantillons isolants sans métallisation



(1970) Lane W.C. – *Scanning Electron Microscopy* – 43 - 48

(1972) Pfefferkorn et al. - *Scanning Electron Microscopy* - 147

MEB à pression contrôlée - Mode faible vide

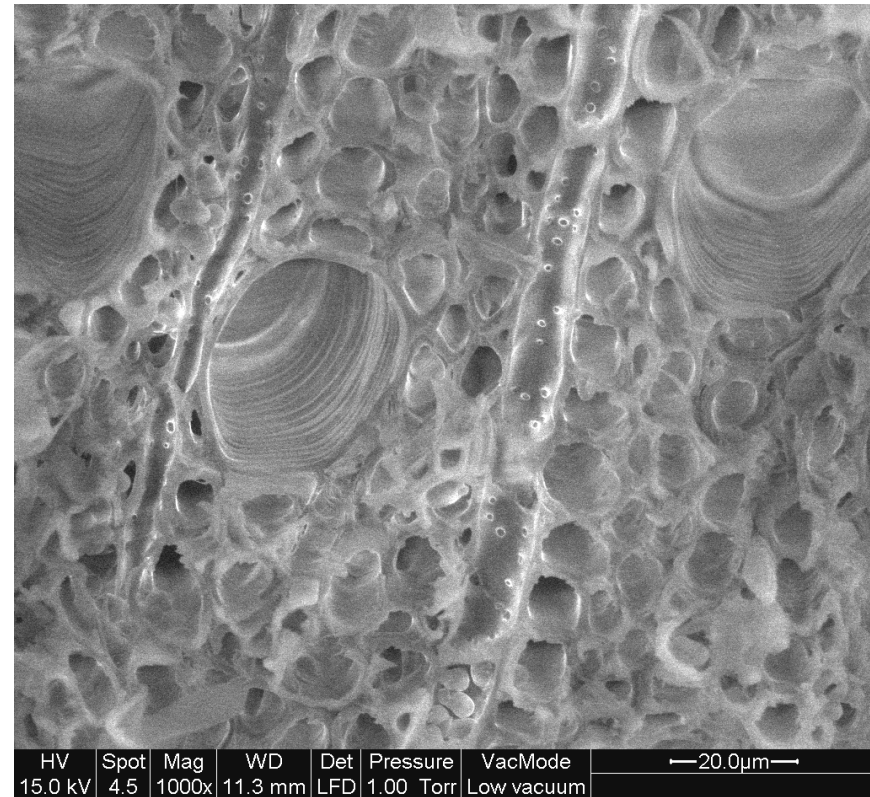
Exemples d'échantillons isolants observés sans métallisation avec un détecteur BSE et SE à amplification gazeuse

(MEB Pagora)



Composite : Matrice polymère/charges minérales renforcée par des fibres de verre

1 torr - 15kV - x 800 - BSE



Bois : branche d'érable (vue transversale)

1 torr - 15kV - x 1000 - SE

Les interactions gaz - faisceau d'électrons

Selon la pression du gaz, le nombre de diffusions peut varier considérablement.

Cette diffusion entraîne un élargissement du faisceau incident (« skirting »)

m : nombre moyen de collisions que subit un électron

$$m = \sigma p L / (kT)$$

σ : section efficace d'interaction

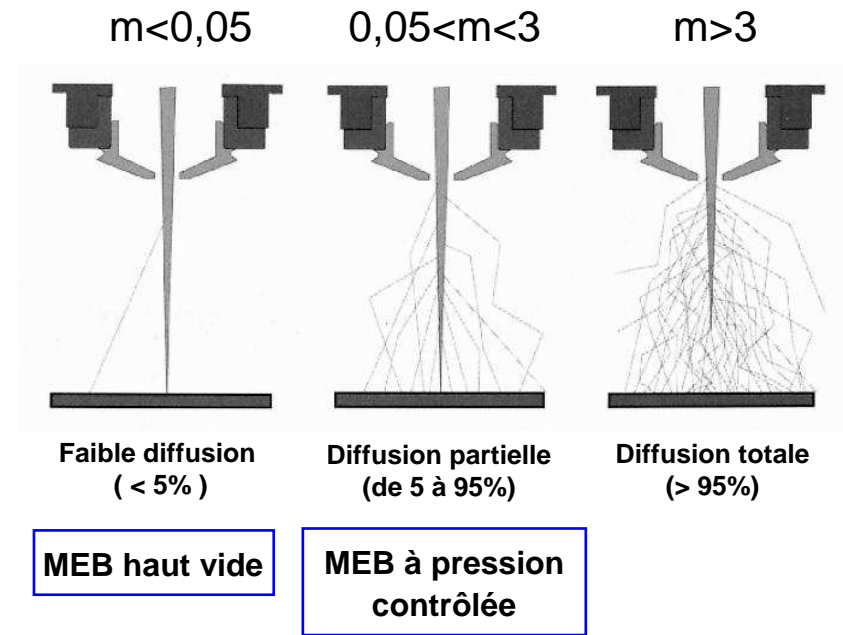
p : pression

L : distance de travail

T : température

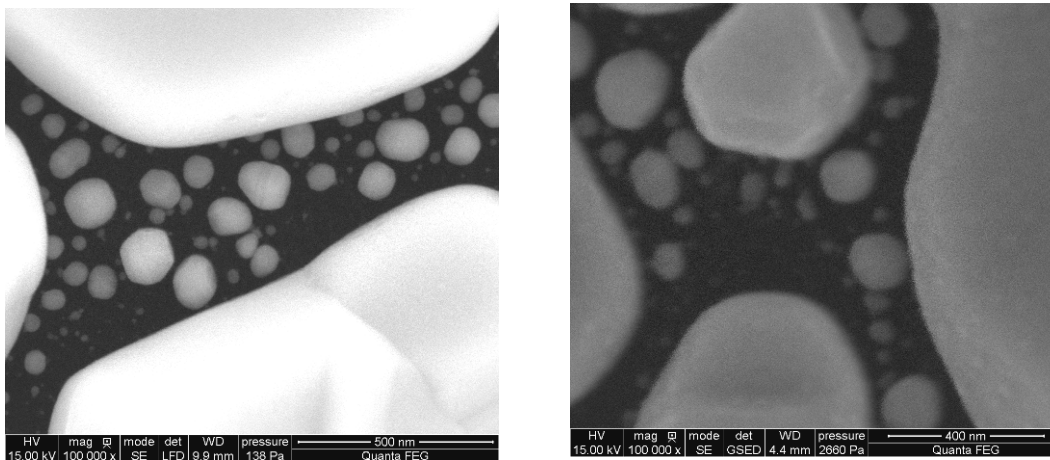
Gaz : vapeur d'eau, air, gaz neutre

Danilatos G.D., *Mikrochim*, 114 / 115 (1994)



Le régime de diffusion totale (>95%) n'est pas utilisé en imagerie.

► Le « skirting » introduit une augmentation du niveau de bruit, puis une perte de résolution si la diffusion est trop importante.



133 Pa (1 torr) Grain d'or sur Carbone 2660 (20 torr)

15kV , x 100 000

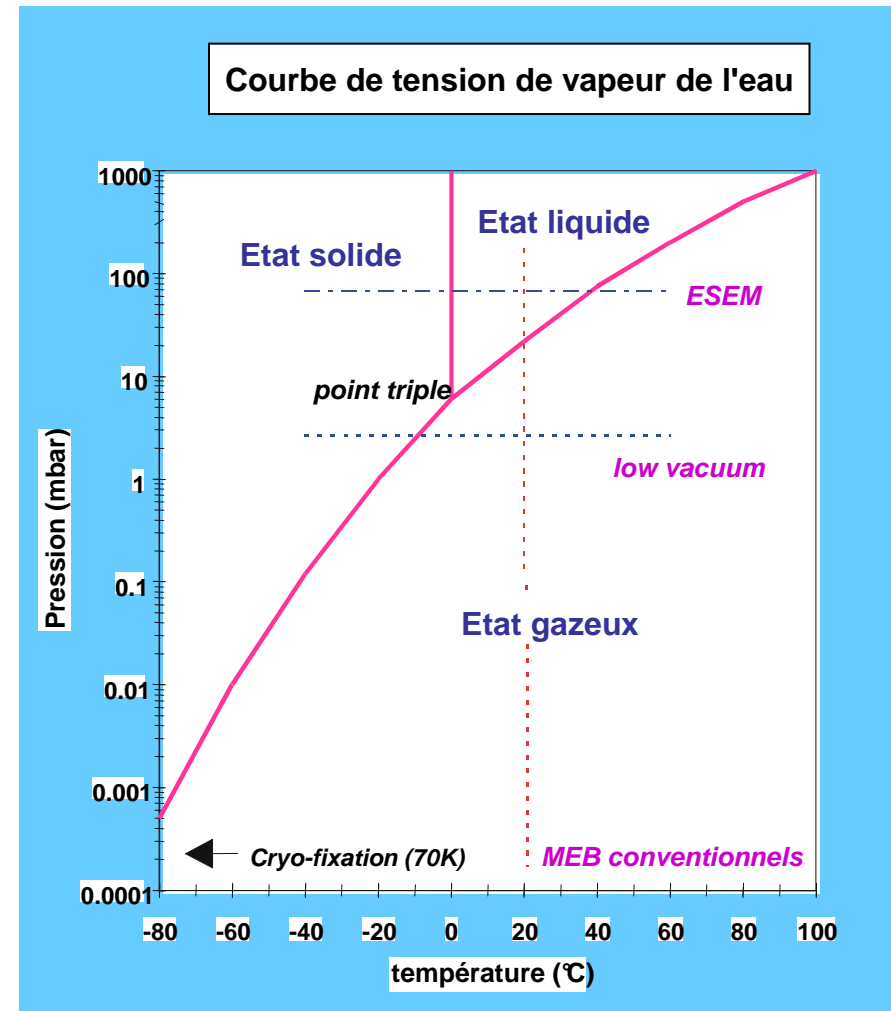
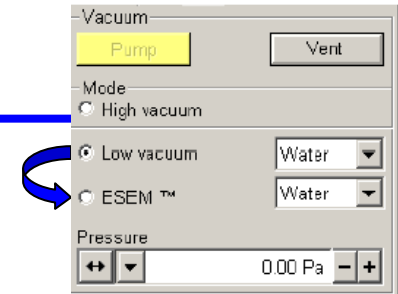
MEB à pression contrôlée - Mode environnemental

L'augmentation de la pression dans la chambre du MEB permet que l'eau soit stable à l'état liquide.

Tension de vapeur d'eau à 0°C :
612 Pa (6.12 mbar ou 4,6 Torr)

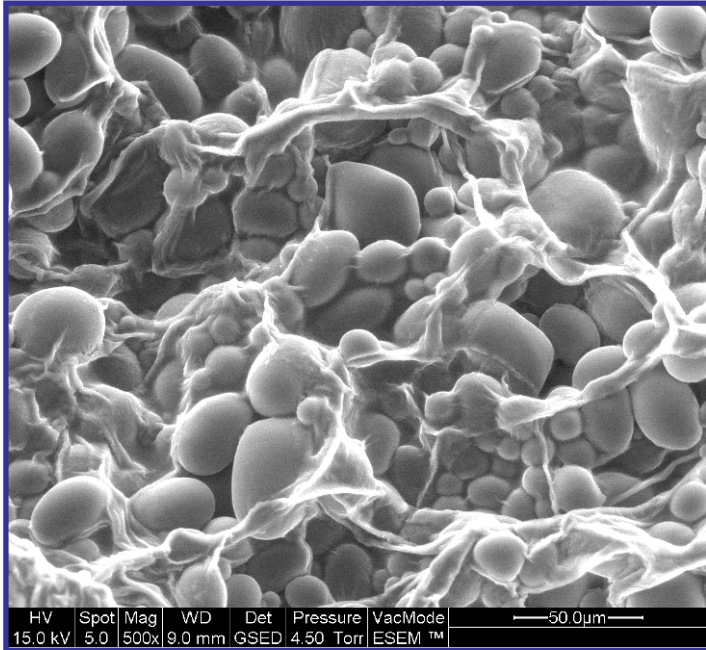
- ⇒ *Préservation de l'échantillon dans l'état naturel*
- ⇒ *Observation d'échantillons hydratés, d'échantillons biologiques, d'organismes vivants*

1^{ère} étape :
Mise en œuvre d'une
Platine Peltier (-20°C à
60°C) et d'un détecteur
spécifique

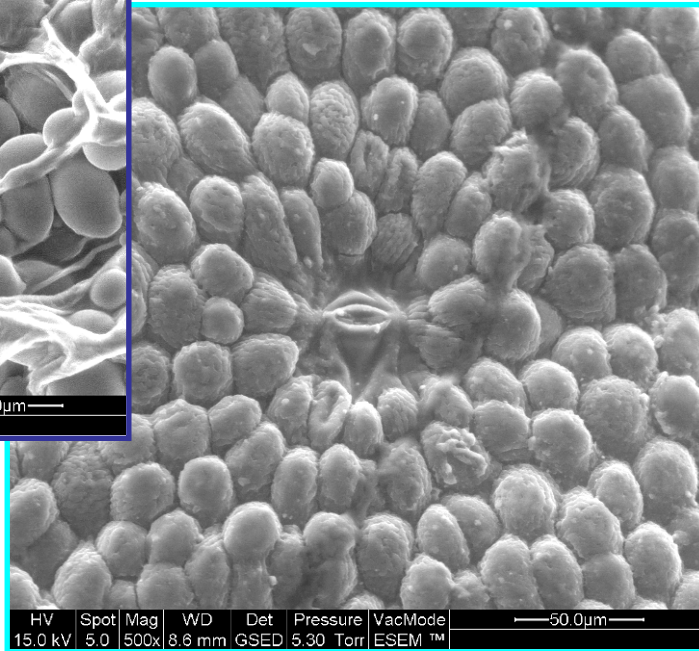


MEB à pression contrôlée - Imagerie en mode environnemental

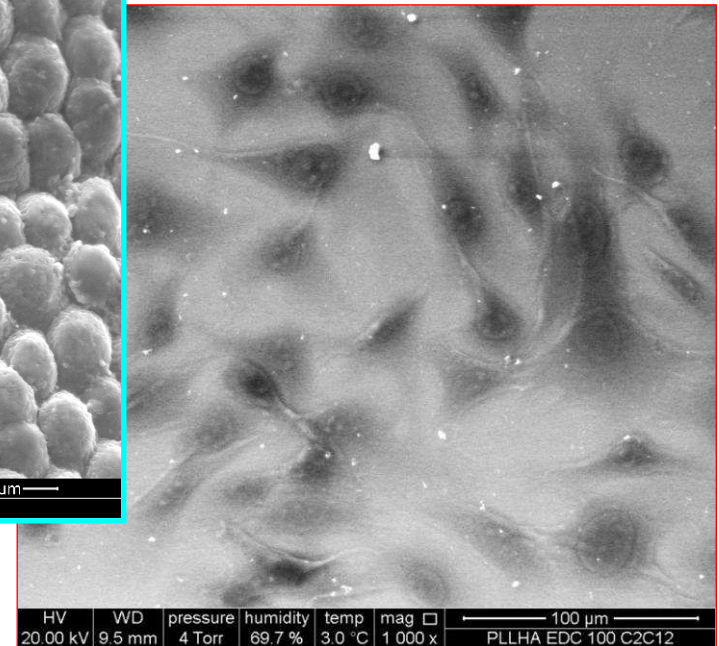
Quelques exemples d'échantillons hydratés



**Grains d'amidon
de pomme de terre**



Peau de banane



**Cellules musculaires sur film
polymère biologique**

En résumé, intérêt pour les MEB à pression contrôlée

MEB conventionnel et MEB FEG à cathode Schottky peuvent se décliner en version "faible vide" jusqu'à une pression d'utilisation de 266 Pa (2 torr) et/ou en version "environnementale" ou haute pression jusqu'à 4000 Pa (30 torr).

Ils fonctionnent en mode "haut vide".

Leur mode pression contrôlée permet de répondre à des nombreux besoins en microscopie électronique à balayage :

- ⇒ Observation de **matériaux non conducteurs** :
polymères, papiers, tissus, produits pharmaceutiques, céramiques, ciments ...
- ⇒ Observation de **matériaux dans leur état naturel** sans modification ni préparation selon la pression dans la chambre :
objets hydratés, objets biologiques, organismes vivants, huiles, émulsions, micro-fluidique ...
- ⇒ Observation de matériaux dans un environnement expérimental donné en terme de pression, de température et de composition de gaz
essais dynamiques, **le MEB ... une enceinte expérimentale !** :
hydratation / déshydratation ,recristallisation / dissolution
chauffage, frittage, fusion, oxydation ...

Complémentaires aux MEB haut vide (→course à la résolution à haute et basse tension)



En conclusion

Le MEB est une technique d'observation de topographie de surface.

- ◆ vaste domaine d'utilisation
- ◆ grande résolution spatiale ($\Rightarrow 1 \text{ nm}$)
- ◆ possibilités de grandissements continus
de $\times 10$ à $\times 100\,000$ et plus
- ◆ très grande profondeur de champ
spectaculaire "effet de relief"
- ◆ grande richesse d'information en imagerie \Rightarrow Cf la Détection en MEB et l'interprétation des contrastes

Evolutions et tendances :

- Les MEB à effet de champ
- Course à la résolution à haute et basse tension
- Imagerie SE et BSE : filtrage en angle et en énergie dans la chambre et dans la colonne
- + Couplage avec d'autres techniques (ex : faisceau d'ions)

