

# SEM: microscopie électronique à balayage

Aïcha Hessler-Wyser

(Emad Oveisi)

PV-Lab, CIME

- Généralités
- Principe
- Sonde électronique
- Résolution
- Profondeur de champ, vision stéréoscopique
- Rappel interaction électrons-matière
- Contrastes
- Volume d'interaction
- Tension d'accélération
- Effets de bord, effets de charge

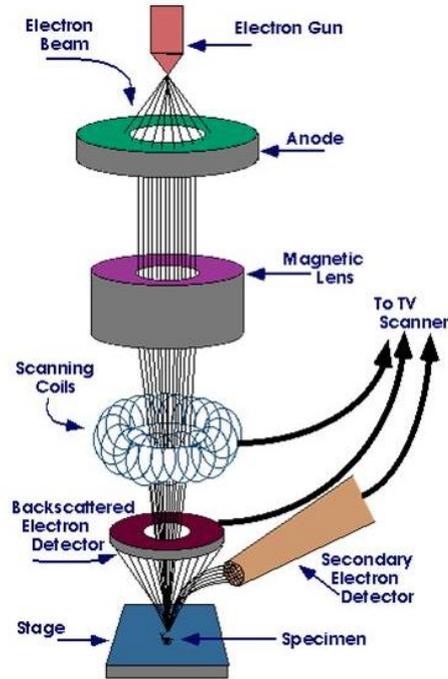
*Correspond aux chapitres 1 à 8 du Goldstein*

# SEM: généralités

## ▪ Quel mode en SEM pour quelle application?

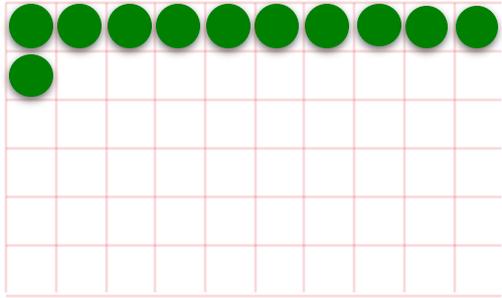
Morphologie, topographie	résolution $\Rightarrow$ sonde fine
Contraste chimique	électrons rétrodiffusés $\Rightarrow$ sonde à fort courant petit volume d'interaction $\Rightarrow$ faible tension
Microanalyse par RX	tension d'accélération $> 2 \times$ seuils d'ionisation petit volume d'interaction $\Rightarrow$ faible tension
Cathodoluminescence et EBIC	sonde fine + petit volume d'interaction
Crystallographie, EBSP	grand signal/bruit $\Rightarrow$ sonde à fort courant petit volume d'interaction $\Rightarrow$ faible tension
Echantillon non conducteur	faible tension, vide partiel (environnemental)
Echantillon hydraté ou dégazant	SEM environmental / basse atmosphère
Echantillon magnétique	Objectif / pas de fuite de champ magnétique

# SEM: principe

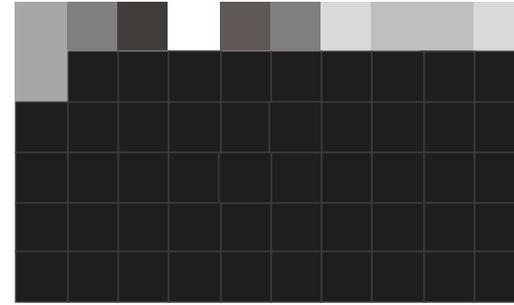


- Image formée point à point par le balayage séquentiel de l'échantillon à l'aide d'une sonde électronique
- Enregistrement de l'image par photographie d'un tube cathodique ou sous forme numérique (matrice de points)
- Echantillon massif
- Image de la "surface" de l'échantillon (couche de  $\approx 1$  nm à  $1 \mu\text{m}$  d'épaisseur selon type de signal)
- Le contraste provient de la ré-émission d'électrons secondaires ou rétrodiffusés (ou parfois de photons, RX, courant absorbé)
- Résolution: 1 nm à 10 nm

# SEM: principe



Position du faisceau sur l'échantillon

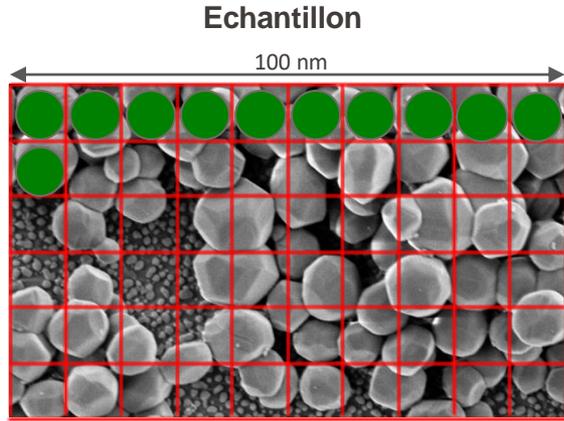


Contraste correspondant sur l'écran

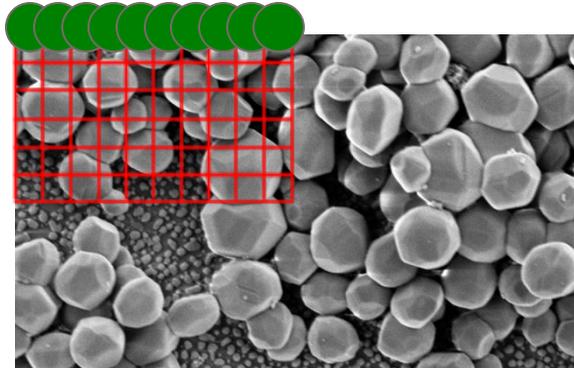
Transfer d'information  $f(x,y,S)$

- Des déflecteur balayent la surface de l'échantillon point par point grâce à un générateur de balayage
- Le moniteur et les déflecteurs sont synchronisés
- L'intensité de chaque pixel est proportionnelle au signal reçu (SE ou BSE)
- Lorsque l'on change le grandissement, on change la taille de la zone balayée et la trame
- Grandissement  $\approx$  taille de l'image (écran)/taille de la trame sur l'échantillon

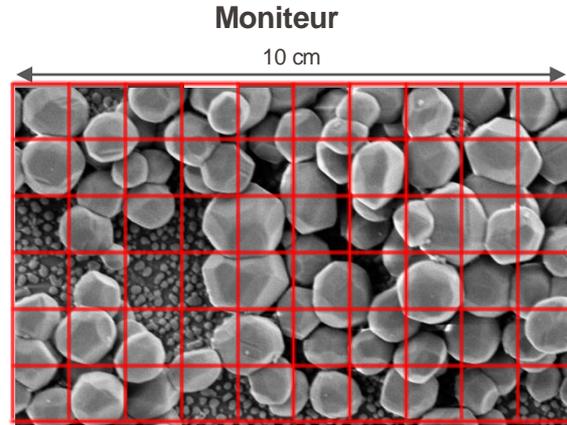
# SEM: principe



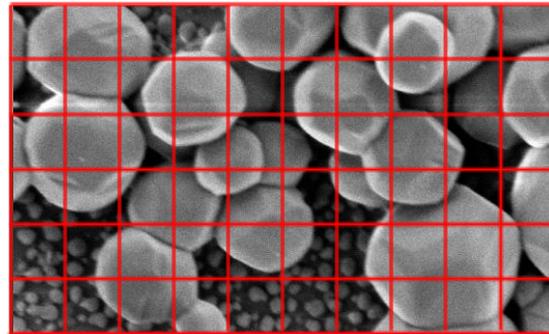
Scan step (i.e. pixel size) on the sample?



Scan step (i.e. pixel size) on the sample?



Pixel size on the screen?



Pixel size on the screen?

$$\text{Magnification} = 10^{-2} / 10^{-8} \\ = 1 \text{ MX}$$

$$\text{Magnification} = 10^{-2} / 5 \cdot 10^{-9} \\ = 2 \text{ MX}$$

**What happens to resolution?**

- La brillance

- On définit la **brillance**  $B$  d'une source par le rapport entre la **quantité de courant** émis par la source  $I_e$  et le produit de la **surface de la source virtuelle** (de diamètre virtuel  $d$ ) par l'**angle solide**  $\alpha$ . La source virtuelle est la zone d'où semblent provenir les électrons.

$$B = \frac{\text{courant émis}}{(\text{surface de la source}) \cdot (\text{anglesolide})} = \frac{I_e}{\rho \left(\frac{d}{2}\right)^2 \rho \alpha^2}$$

- Pour obtenir un signal de détection abondant lorsque le spot sur l'échantillon est très petit, il faut que la brillance de la source soit la plus élevée possible.

- Critère de Rayleigh

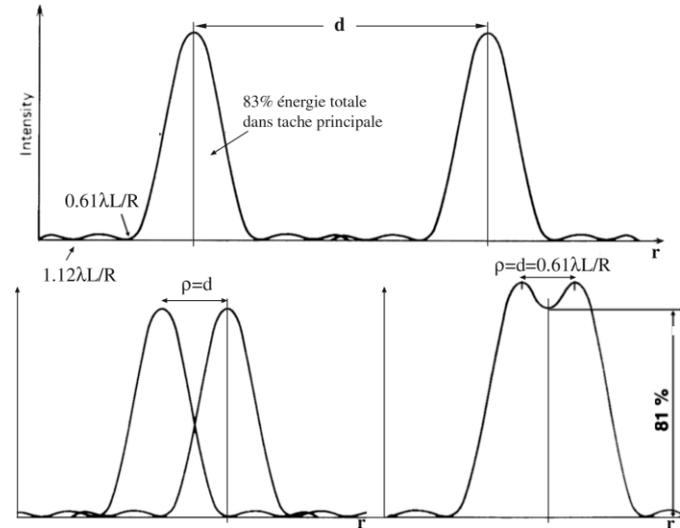
- Séparation  $d$  entre deux points d'une source
- Superposition entre les taches si  $d$  diminue
- Pouvoir séparateur:

$$r = d = 0.61 \lambda / O_n$$

avec  $O_n$  l'ouverture numérique.

$$O_n = n \sin a$$

Les taches sont décalées de  $d$ , le max coïncide avec le premier min.



# SEM: sonde électronique

- Condenseurs parfaits
- Brillance infinie
- Pas d'aberrations
- Réduction de la taille de la source (infiniment brillante) par une optique parfaite

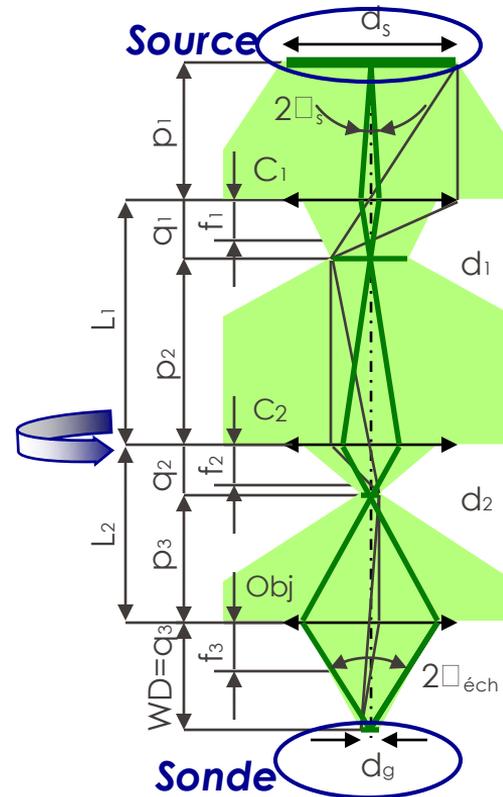
$$d_g = d_s \times M = d_s \times M_{C1} \times M_{C2} \times M_{C3}$$

$$= d_s \times \frac{q_1}{p_1} \times \frac{q_2}{p_2} \times \frac{q_3}{p_3}$$

$$\text{@ } d_s \times \frac{f_1}{L_1} \times \frac{f_2}{L_2} \times \frac{WD}{p_1}$$

- Il suffit de multiplier le nombre des lentilles pour réduire la taille géométrique du faisceau!

*Oui, mais...*



## ■ Résolution

- Aberration sphérique

$$d_{sph} = C_s \times a^3$$

- Aberration chromatique

$$d_{ch} = C_{ch} \left( \frac{DE}{E} + 2 \frac{DI}{I} \right) a$$

- Diffraction

$$d_d = 0.61 \frac{\lambda}{n \times \sin a}$$

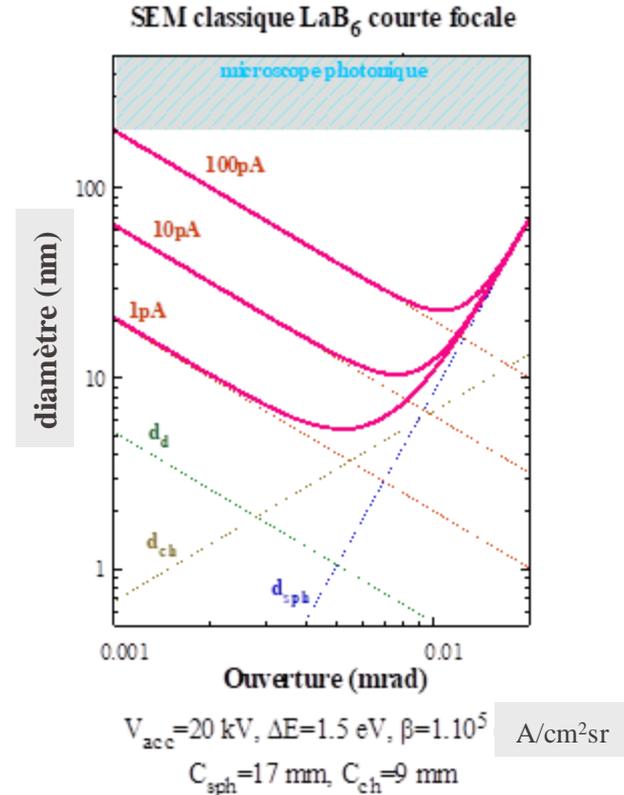
- Conservation de la brillance

$$d_g = \sqrt{\frac{4I}{\rho^2 b} \times \frac{1}{a}}$$

- Combinaison

$$d_{ech} = \sqrt{d_g^2 + d_{sph}^2 + d_{ch}^2 + d_d^2}$$

Les ouvertures  $\alpha$  en microscopie électronique ne sont que de l'ordre de  $10^{-2}$  à  $10^{-3}$  radians!!!



Sondes avec source cohérente: voir Mory C, Cowley J M, Ultramicroscopy 21 1987 171

- Paramètres limitant la résolution
  - A fort grandissement: taille de sonde (génération de SE1)  $\rho \approx d_{sonde}$
  - A faible grandissement: taille des pixels  $d_{écran}$  de l'écran (ou du support d'enregistrement d'image)  $\rho \approx d_{écran} / \text{grandissement}$
  - Le volume d'interaction (génération de SE2+SE3 provenant des BSE)
  - Aberration sphérique
  - Longueur d'onde et phénomènes de diffraction (critère de Rayleigh)

## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- Réduire le volume d'interaction
- Réduire la taille de sonde
- Réduire  $C_{sph}$
- Augmenter la brillance
- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance

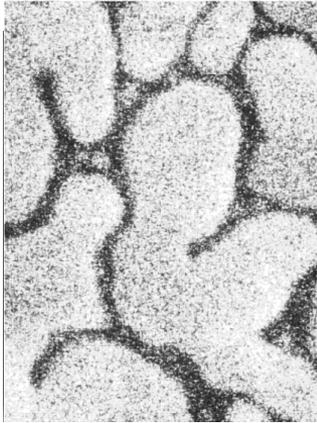
- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

$$d_g \propto \sqrt{I}$$

$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

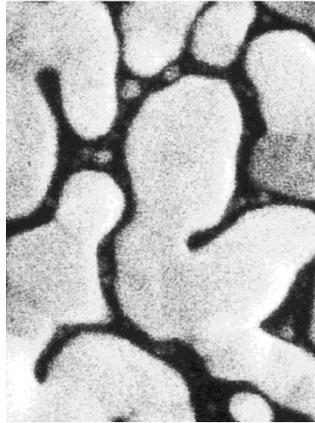
- Réduire la tension d'accélération
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Focaliser l'objectif
- Lentilles à courtes focales:
- in-lens, semi in-lens, Snorkel
- Canons à émission de champ:
- émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...

- Résolution: effet de  $I$ ,  $d_{\text{sonde}}$  et  $t$



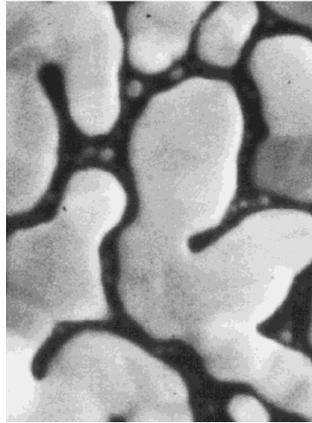
10 pA/10 s

bonne résolution,  
mais fort bruit  
statistique



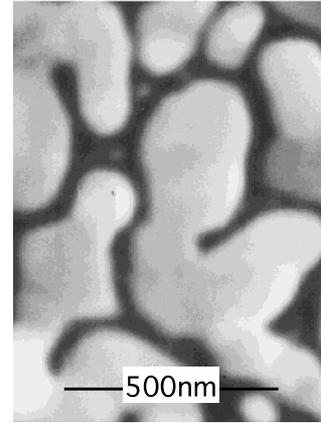
10 pA/160 s

bonne résolution,  
moins de bruit  
statistique



100 pA/160 s

légère perte de  
résolution, encore  
moins de bruit  
statistique



1 nA/160 s

très peu de bruit  
statistique, mais  
forte perte de  
résolution

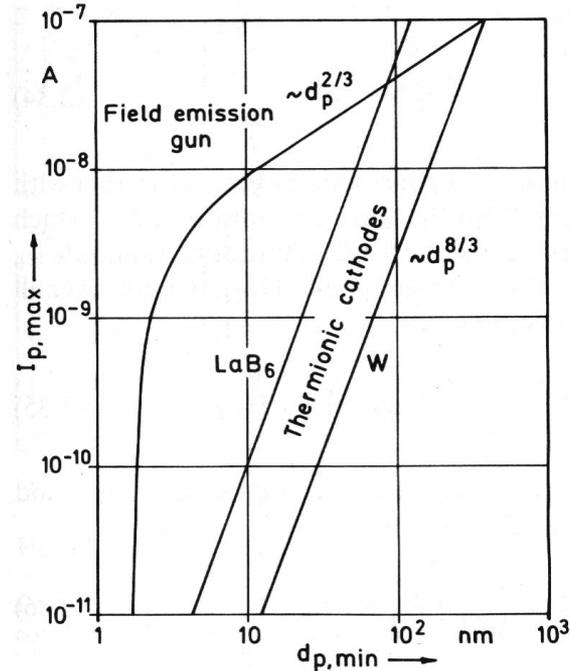
- Relation courant/diamètre sonde

- Source thermo-ionique:  
l'aberration sphérique domine

$$I_{\max} = \frac{3\rho^2}{16} bC_{sph}^{-2/3} d^{8/3}$$

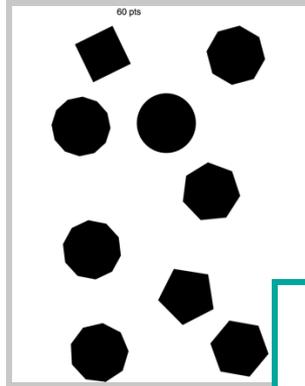
- Source à émission de champ:  
les aberrations du canon et  
l'aberration chromatique de  
l'objectif dominant

$$I_{\max} = cd^{2/3}$$

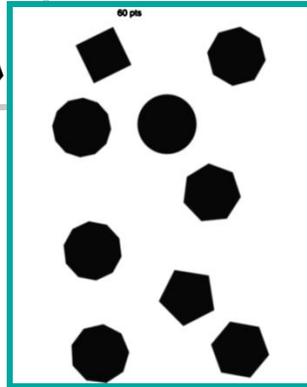


Tiré de L.Reimer, SEM

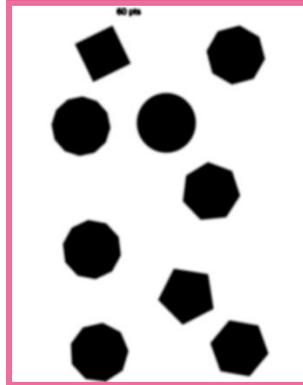
- Taille de sonde et résolution (sans bruit)



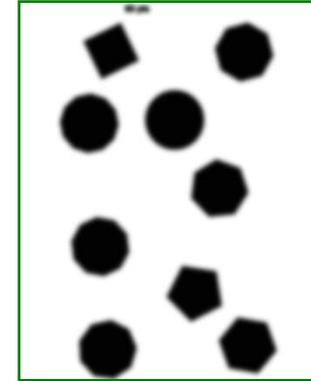
Modèle: particules de  
100 nm de diamètre



particules 100 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.

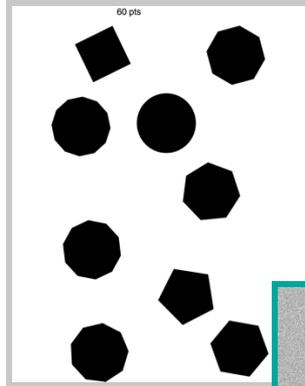


particules 50 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.

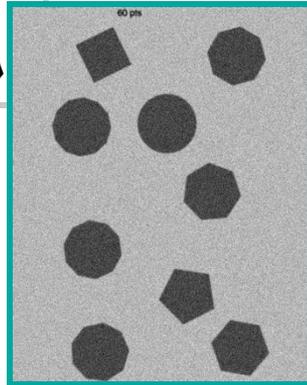


particules 25 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.

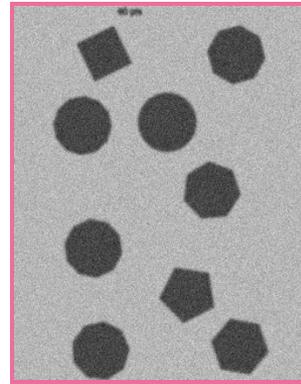
- Taille de sonde et résolution (avec bruit)



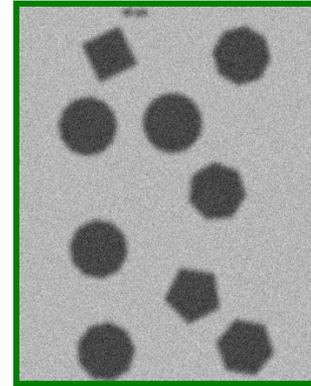
Modèle: particules de  
100 nm de diamètre



particules 100 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.



particules 50 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.



particules 25 nm diam.,  
sonde 2 nm diam.

## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- **Réduire le volume d'interaction**
- Réduire la taille de sonde
- Réduire  $C_{sph}$
- Augmenter la brillance
- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance
- Focaliser l'objectif

- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

$$d_g \propto \sqrt{I}$$

$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- **Réduire la tension d'accélération**
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Focaliser l'objectif
- Lentilles à courtes focales:
  - in-lens, semi in-lens, Snorkel
- Canons à émission de champ:
  - émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...



## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- Réduire le volume d'interaction
- **Réduire la taille de sonde**
- Réduire  $C_{sph}$
- Augmenter la brillance
- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance

- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

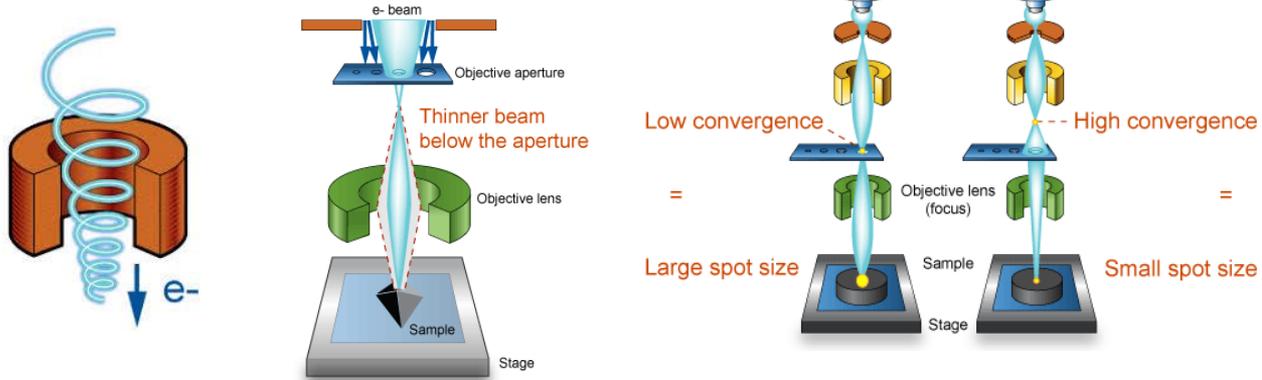
$$d_g \propto \sqrt{I}$$

$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- Réduire la tension d'accélération
- **Augmenter la tension d'accélération**
- **Diaphragmes, spotsize**
- **Focaliser l'objectif**
- Lentilles à courtes focales:
  - in-lens, semi in-lens, Snorkel
- Canons à émission de champ:
  - émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...

■ Pour réduire la taille minimale de la sonde, on peut modifier les paramètres suivants:

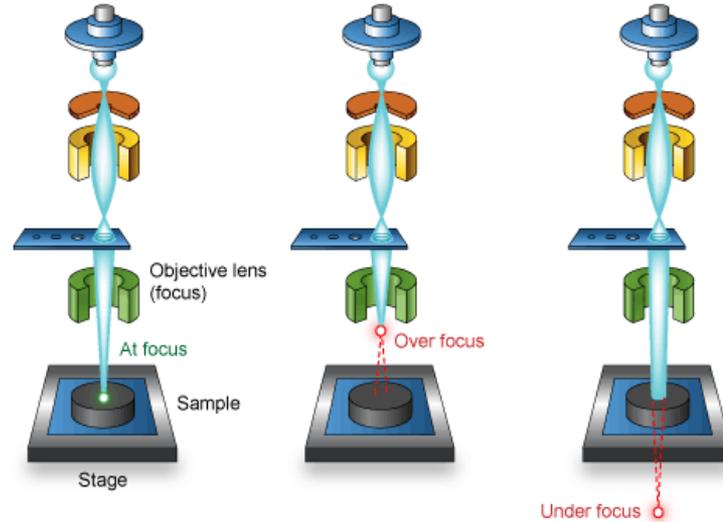
- diaphragme
- spotsize (lentille C1)
- tension d'accélération



<http://www.ammr.org.au/myscope/sem/practice/principles/lenses.php>

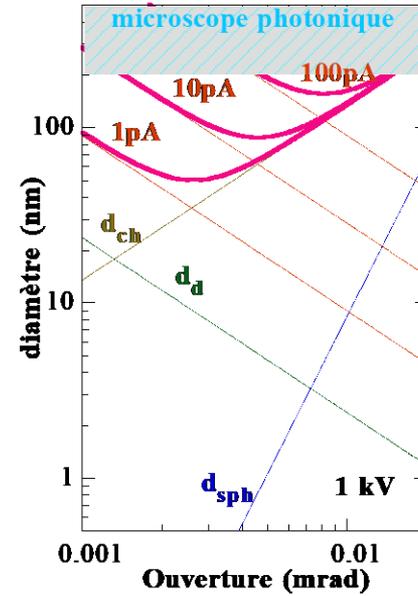
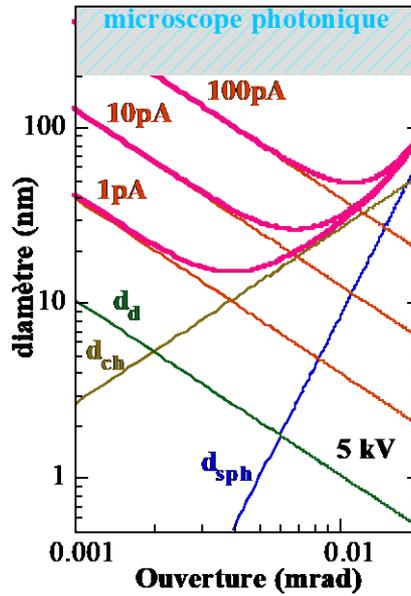
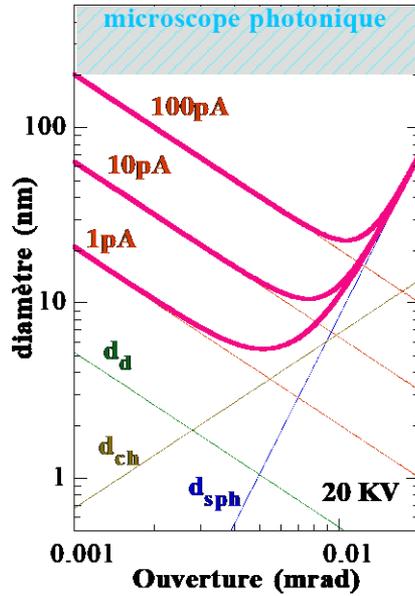
# SEM: sonde électronique

- La lentille objectif permet de bien focaliser la sonde à la surface de l'objet observé pour atteindre sa taille minimale



<http://www.amrf.org.au/myscope/sem/practice/principles/lenses.php>

- Taille de sonde en fonction de  $E_0$ 
  - (Canon thermo-ionique)



## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- Réduire le volume d'interaction
- Réduire la taille de sonde
- **Réduire  $C_{sph}$**
- Augmenter la brillance
- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance

- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

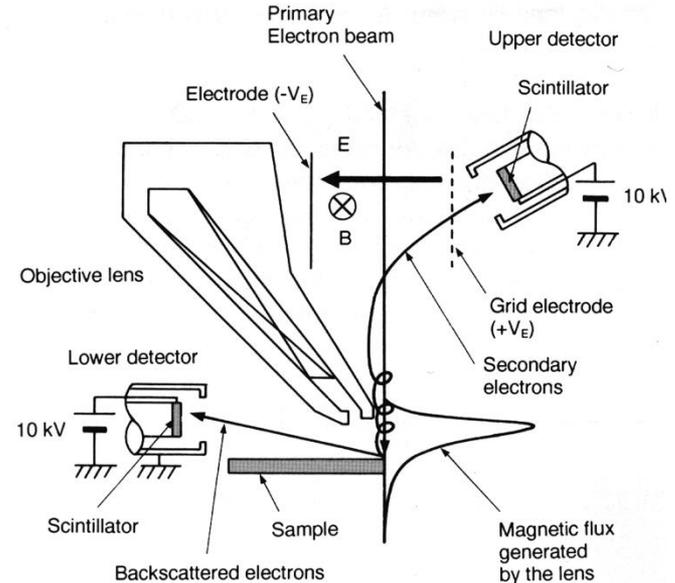
$$d_g \propto \sqrt{I}$$

$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- Réduire la tension d'accélération
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Focaliser l'objectif
- **Lentilles à courtes focales:**
- **in-lens, semi in-lens, Snorkel**
- **Correcteur d'aberration sphérique**
- Canons à émission de champ:
- émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...

- Réduction de l'aberration sphérique  $C_{sph}$

- in-lens
- semi in-lens
- Snorkel
- Faible distance de travail
  - profondeur de champ réduite
  - éventuellement taille de l'échantillon limitée
- Champ magnétique au niveau de l'échantillon
  - échantillons ferromagnétiques...!
- Correcteurs de  $C_s$



## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- Réduire le volume d'interaction
- Réduire la taille de sonde
- Réduire  $C_{sph}$
- **Augmenter la brillance**
- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance

- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

$$d_g \propto \sqrt{I}$$

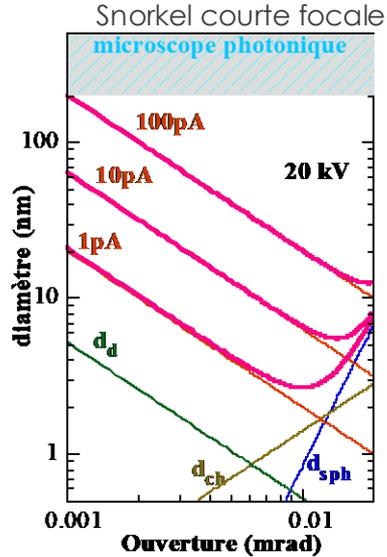
$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- Réduire la tension d'accélération
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Lentilles à courtes focales:
- in-lens, semi in-lens, Snorkel
- **Canons à émission de champ:**
- **émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky**
- Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...

# SEM: résolution

- Effet du canon

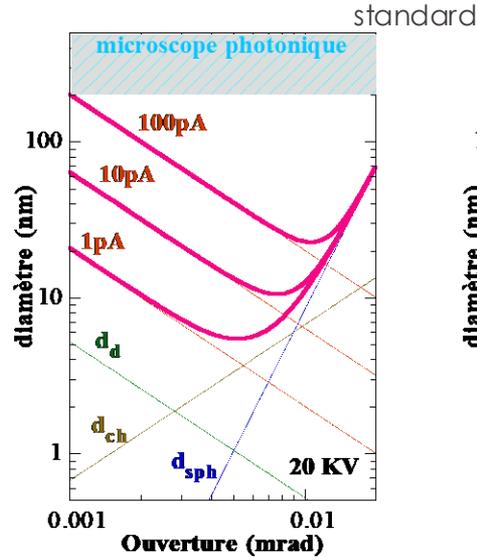
*très courtes focales... ou...*



$$C_{sph} = 1.7 \text{ mm}, C_{ch} = 1.9 \text{ mm}$$

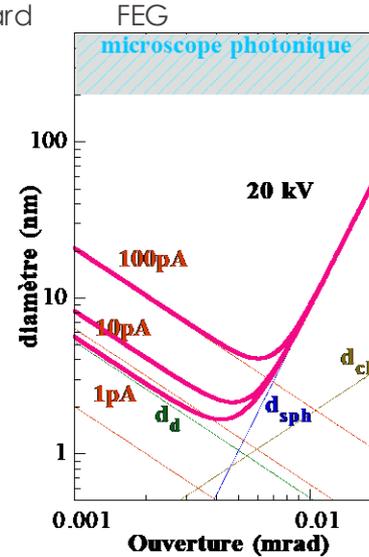
$$\beta = 1.10^5 \text{ A/cm}^2\text{sr}, \Delta E = 1.5 \text{ eV}$$

*émission de champ?*



$$C_{sph} = 17 \text{ mm}, C_{ch} = 1.9 \text{ mm}$$

$$\beta = 1.10^5 \text{ A/cm}^2\text{sr}, \Delta E = 1.5 \text{ eV}$$



$$C_{sph} = 17 \text{ mm}, C_{ch} = 1.9 \text{ mm}$$

$$\beta = 1.10^7 \text{ A/cm}^2\text{sr}, \Delta E = 0.4 \text{ eV}$$

## ■ Comment améliorer la résolution?

- Réduire le courant de sonde à dose d'exposition constante

$$S/N \propto \sqrt{N} = \sqrt{It} = cte$$

- Réduire le volume d'interaction
- Réduire la taille de sonde
- Réduire  $C_{sph}$
- Augmenter la brillance
- **Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance**

- Augmenter le temps  $t$  d'exposition

$$d_g \propto \sqrt{I}$$

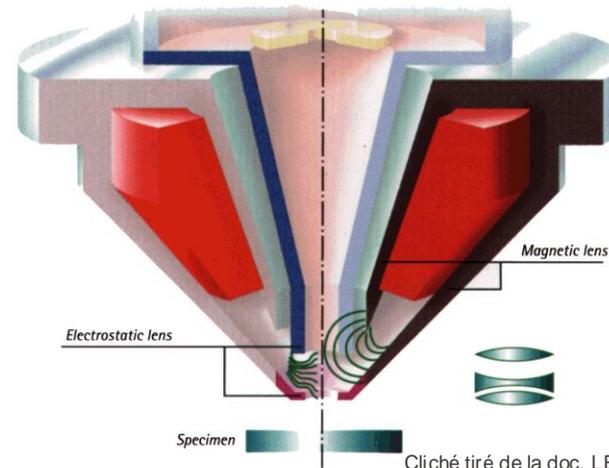
$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- Réduire la tension d'accélération
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Lentilles à courtes focales:
- in-lens, semi in-lens, Snorkel
- Canons à émission de champ:
- émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- **Colonnes sous tension: Gemini, XL30, ...**

- Réduire  $C_{sph}$  et augmenter la brillance  
(basses tensions)

Solution LEO 1500 Gemini

- L'objectif (magnétique) et les électrodes de ralentissement forment l'équivalent d'un triplet convergent/divergent/convergent
- Les aberrations de l'objectif sont fortement réduites à basse tension d'accélération
- La distance de travail est supérieure à celle d'une lentille Snorkel (à performances égales)
- Absence (ou faible?) champ magnétique sur l'objet

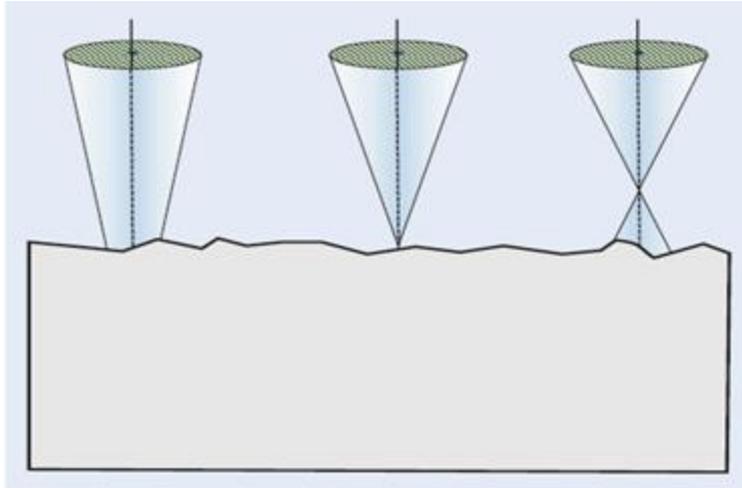


Cliché tiré de la doc. LEO 1500/1997

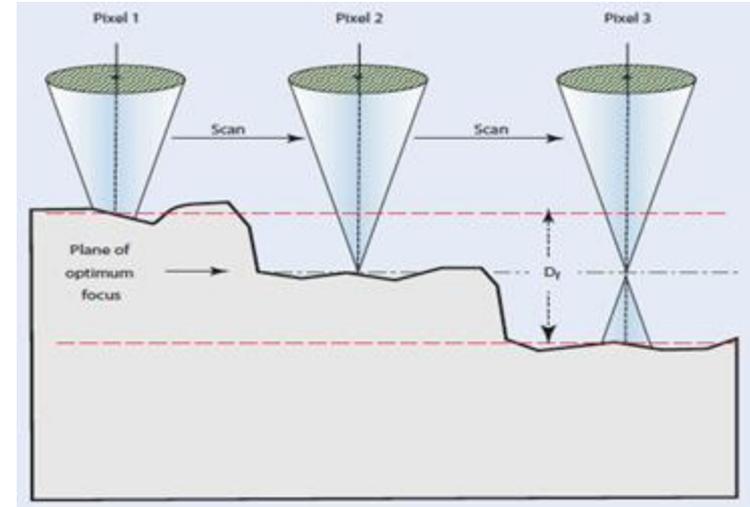
Principle of compound magnetic/electrostatic objective lens with optical equivalence.

# SEM: profondeur de champ

Under focus      In focus      Over focus



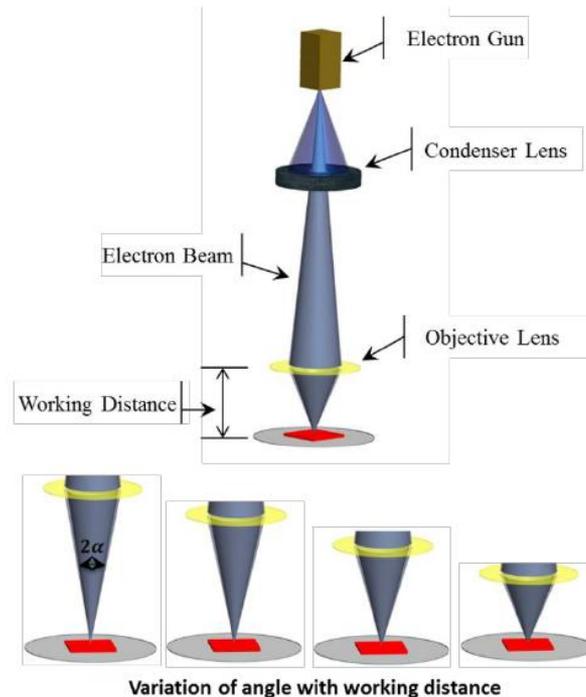
Best resolution when probe is focused on the sample



Lower resolution (focus) for regions of upper/lower depths

- Profondeur de champ en fonction de  $d_{\text{sonde}}$

- Distance de travail
- Influence sur l'angle de convergence

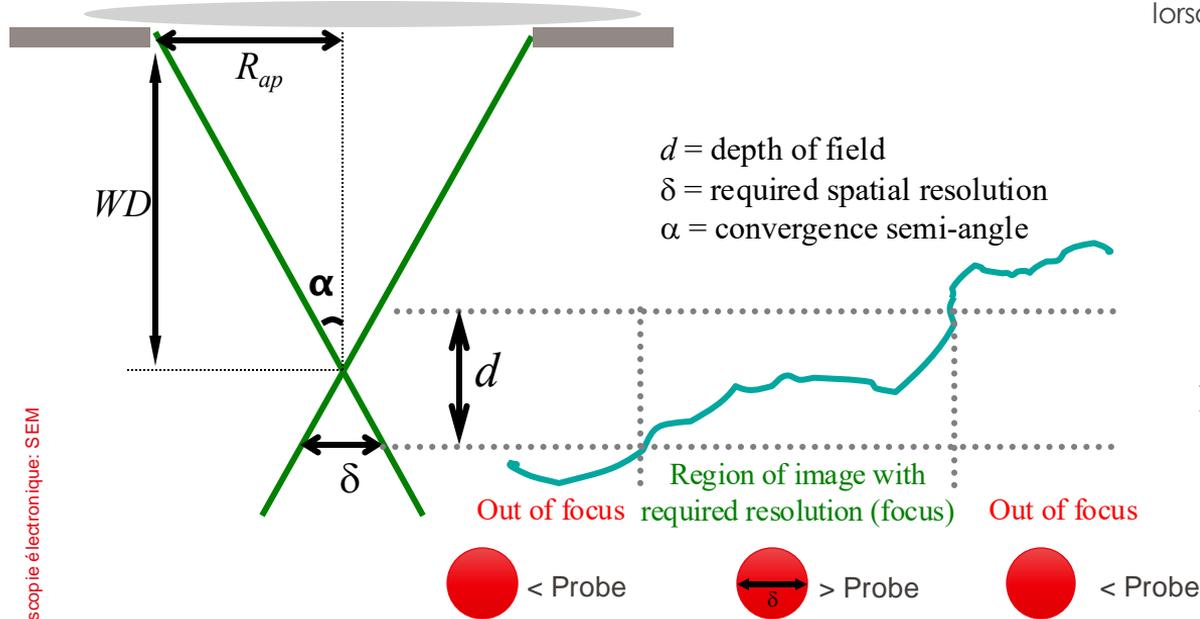


La profondeur de champ augmente lorsque  $\alpha$  diminue

- Augmenter la distance de travail
- Réduire le diaphragme de l'objectif

$$h_{\text{prof. champ}} = \max \left[ 2d_{\text{sonde}} \frac{1}{a}, 2 \frac{\text{pixel "image"}}{G} \frac{1}{a} \right]$$

- Profondeur de champ en fonction de  $d_{\text{sonde}}$



La profondeur de champ augmente lorsque  $\alpha$  diminue

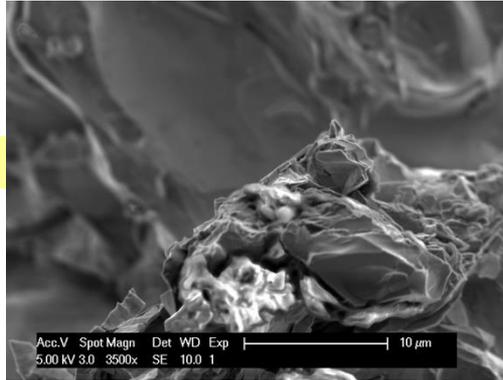
- Augmenter la distance de travail
- Réduire le diaphragme de l'objectif

$$h_{\text{prof. champ}} = \max \left[ \frac{2d_{\text{sonde}}}{a}, \frac{2 \text{pixel}_{\text{image}}}{G} \frac{1}{a} \right]$$

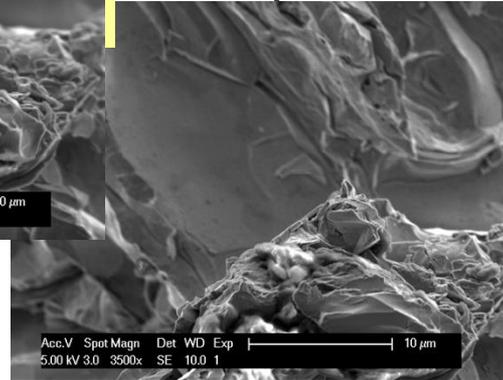
# SEM: profondeur de champ

- Influence du diaphragme objectif

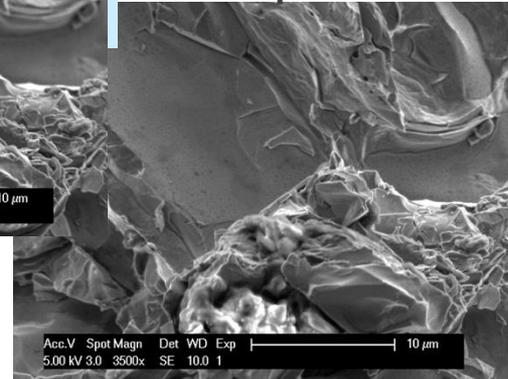
100  $\mu\text{m}$



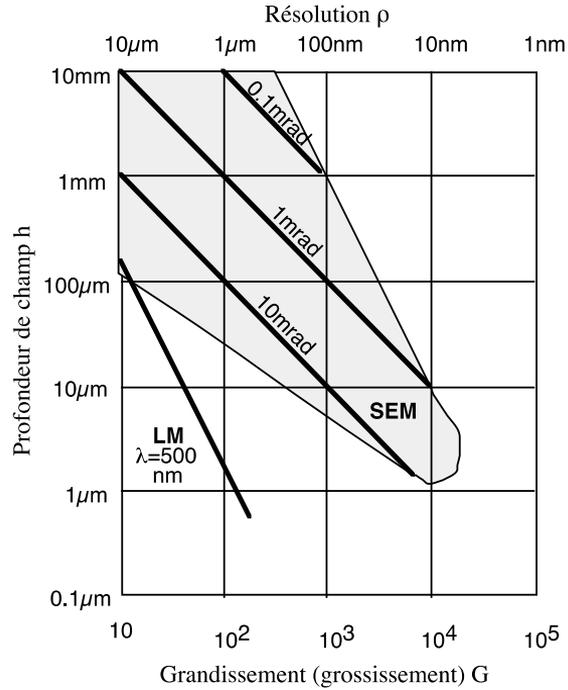
50  $\mu\text{m}$



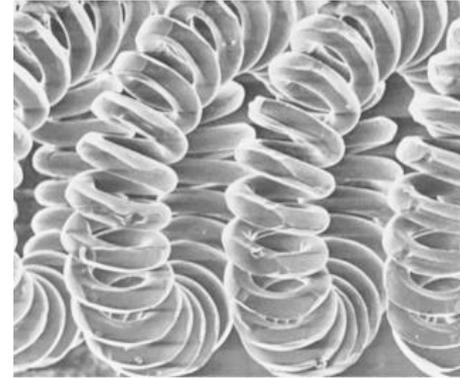
30  $\mu\text{m}$



# SEM: profondeur de champ



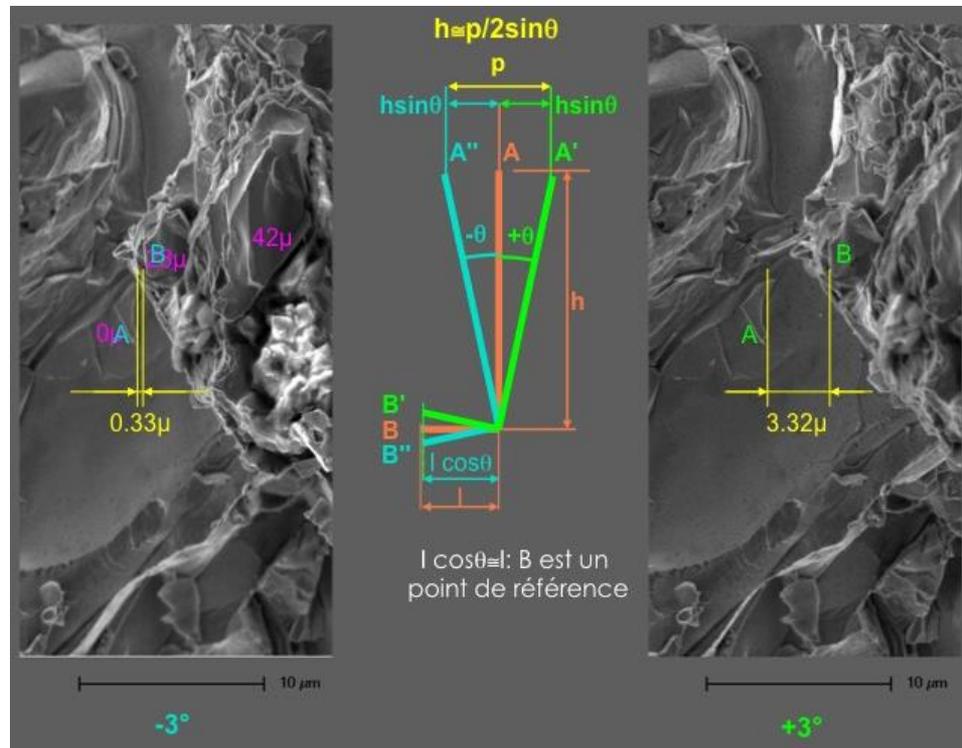
filament de lampe "spot"



↑ SEM  $\approx 1 \text{ mm}$  LM ↓

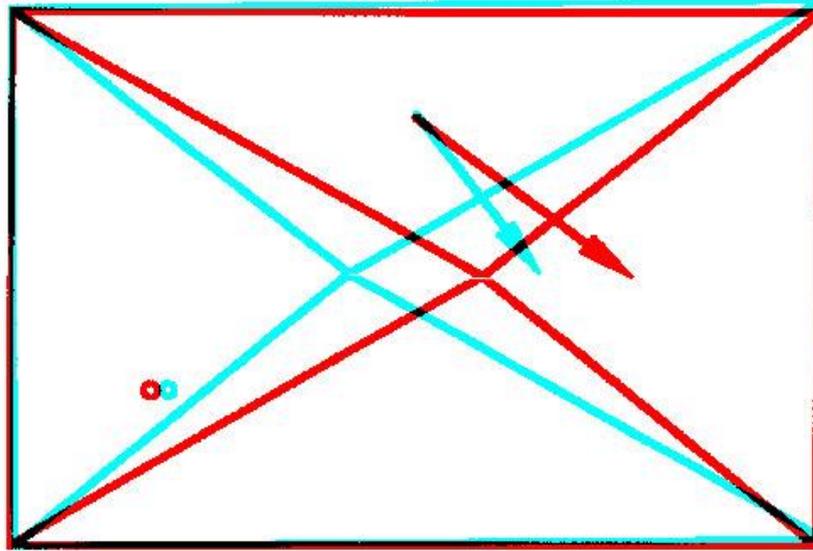


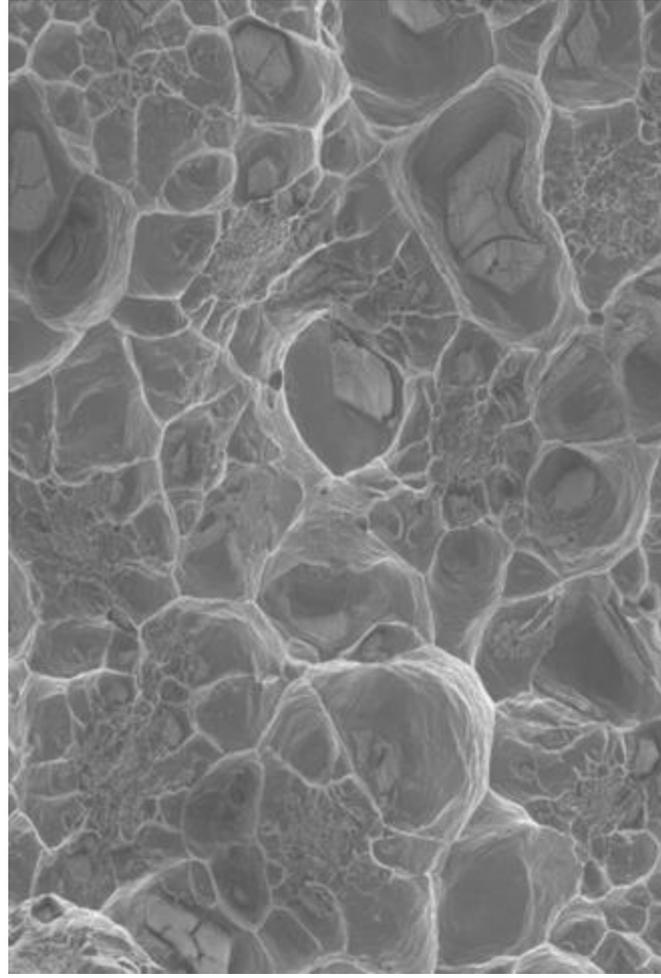
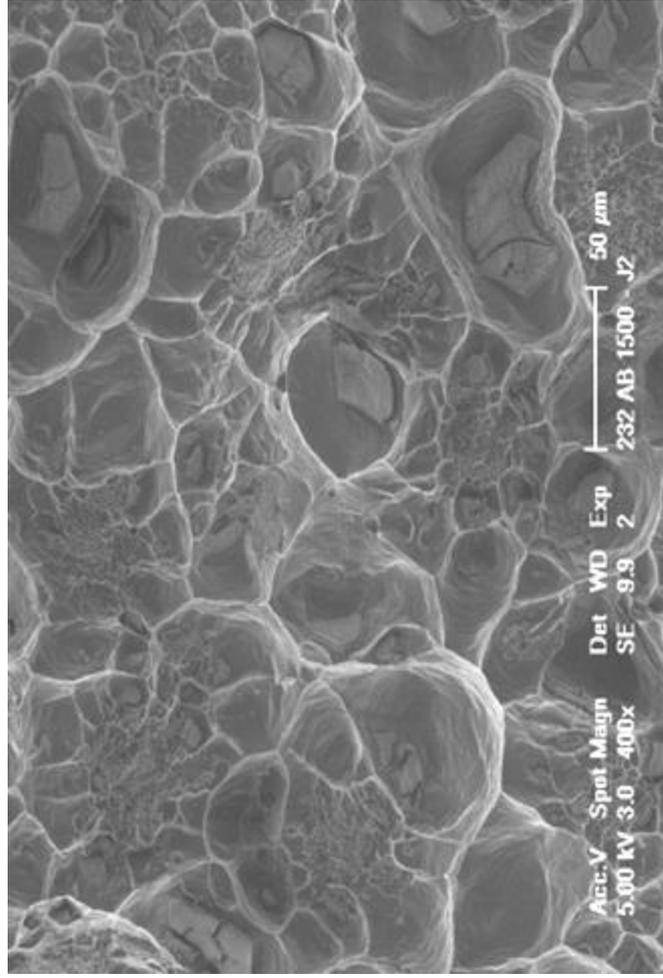
- Mesure de profondeur: vision 3D



# SEM: stéréoscopie

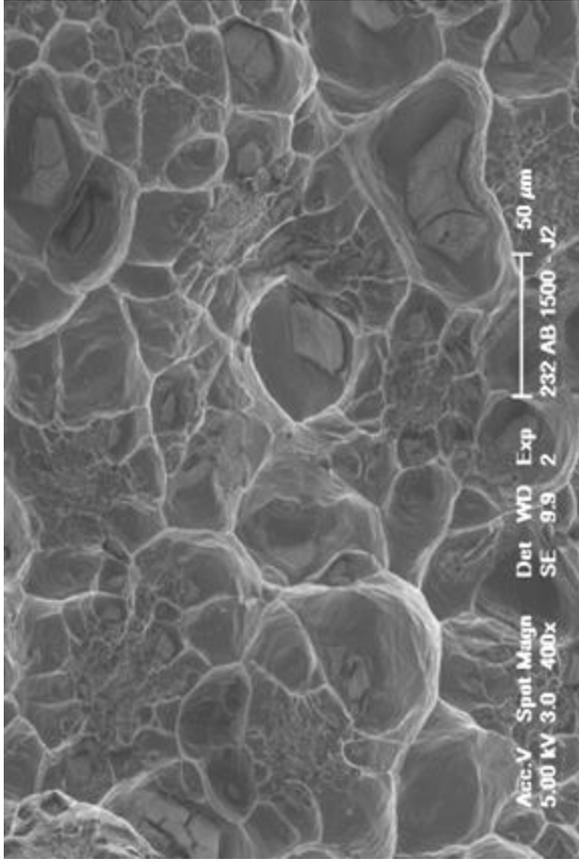
- 3<sup>ème</sup> dimension: vision stéréoscopique, anaglyphs



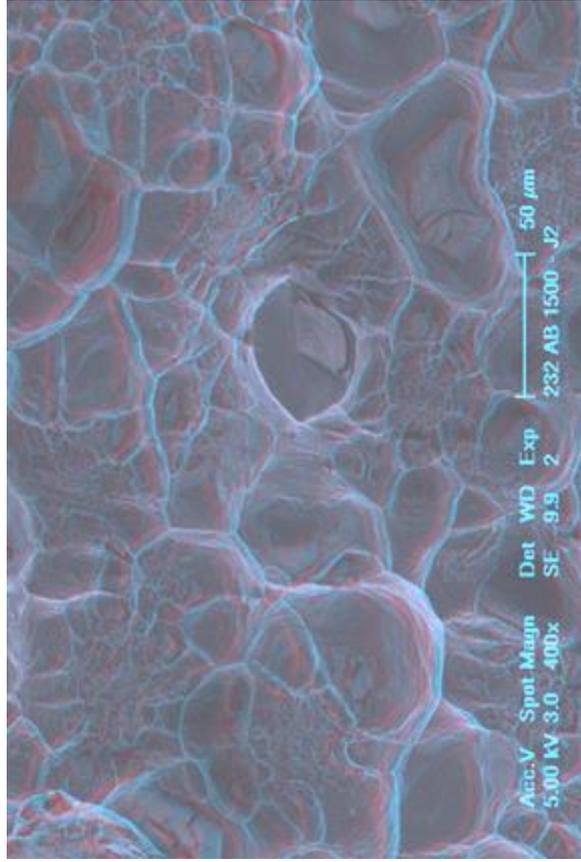


# SEM: stéréoscopie

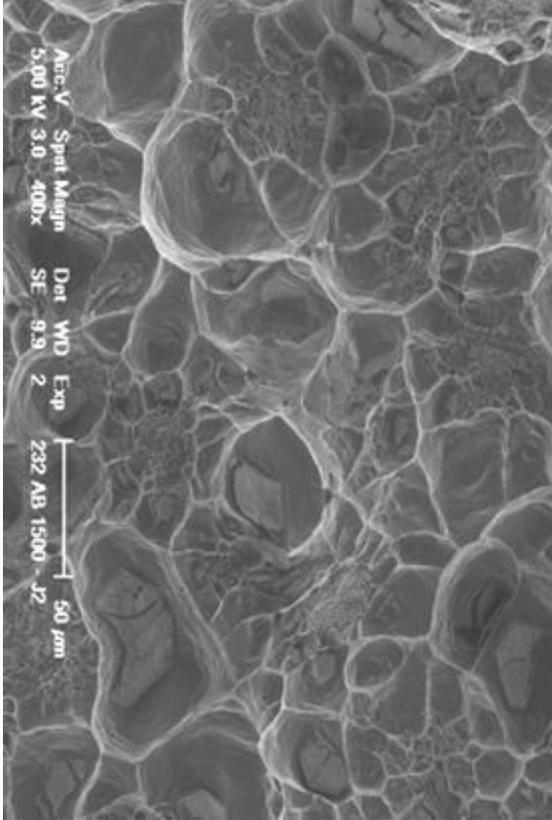
■ Microscopie électronique: SEM



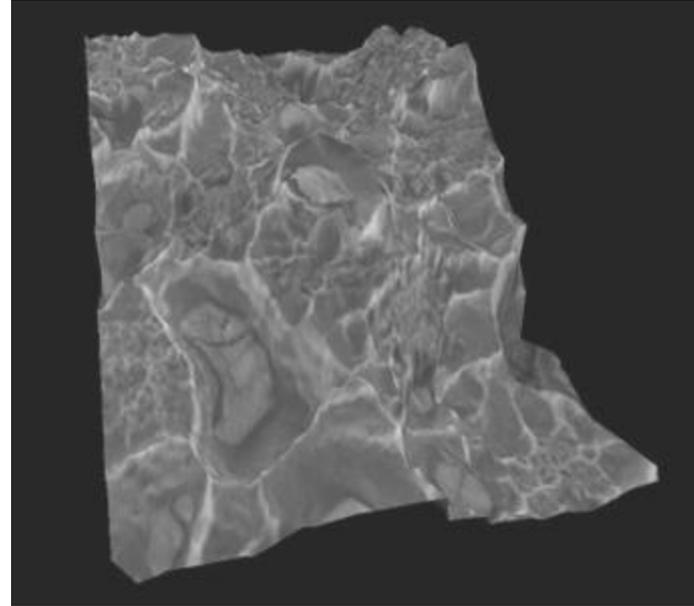
reconstruction 3-D (anaglyph)



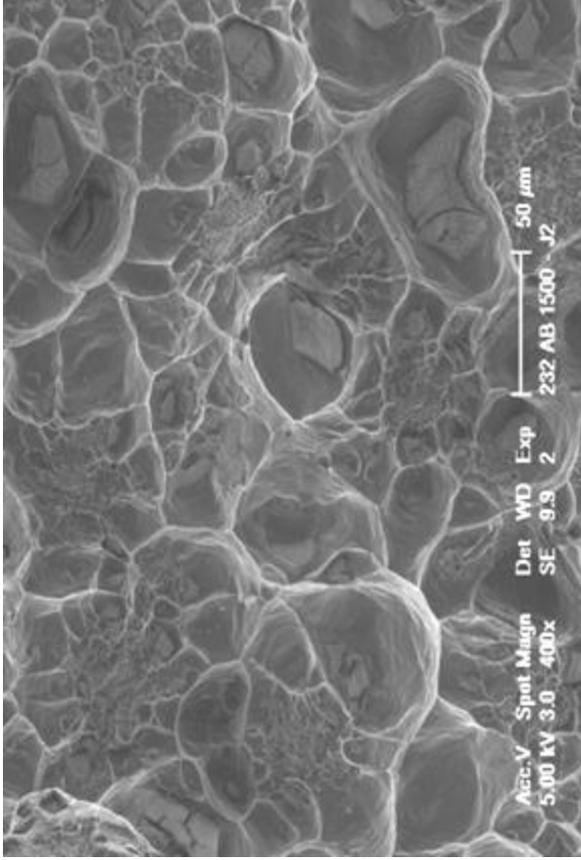
# SEM: stéréoscopie



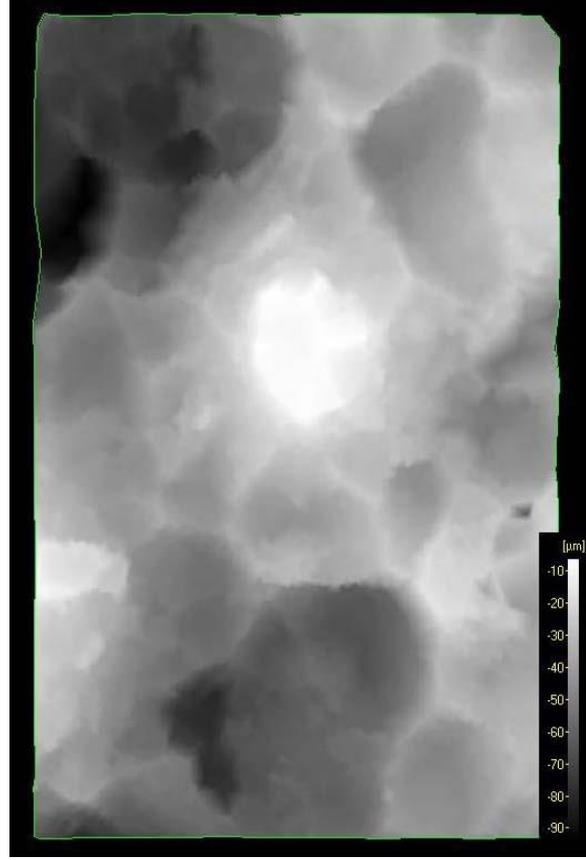
Reconstruction 3-D  
(pseudo-perspective)



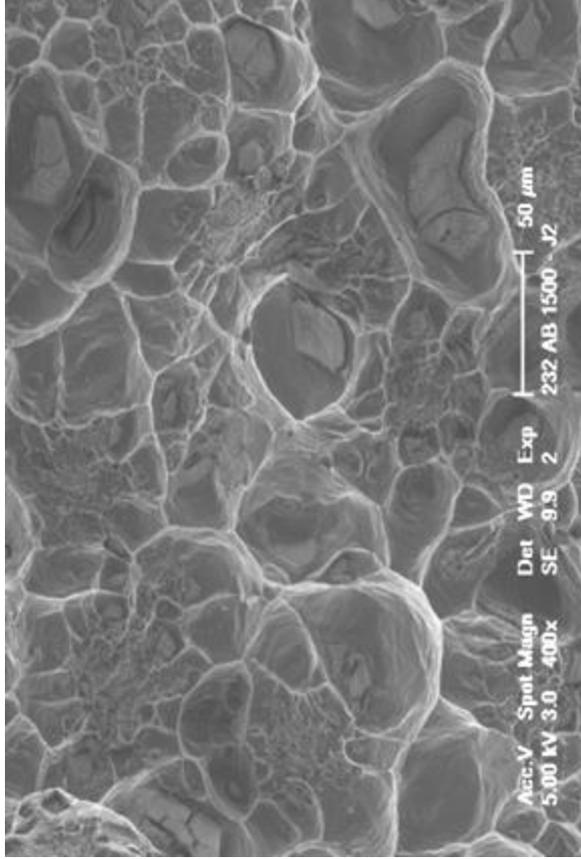
# SEM: stéréoscopie



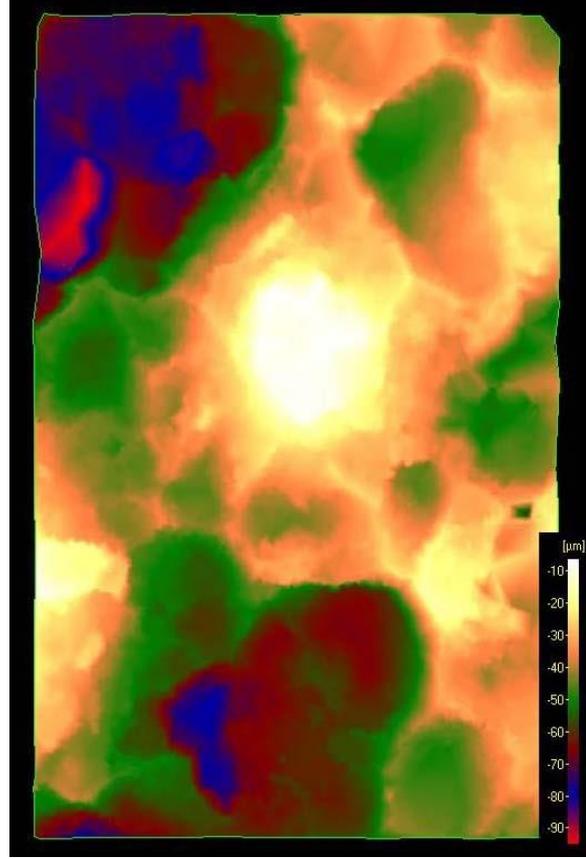
Reconstruction 3-D (grey levels)



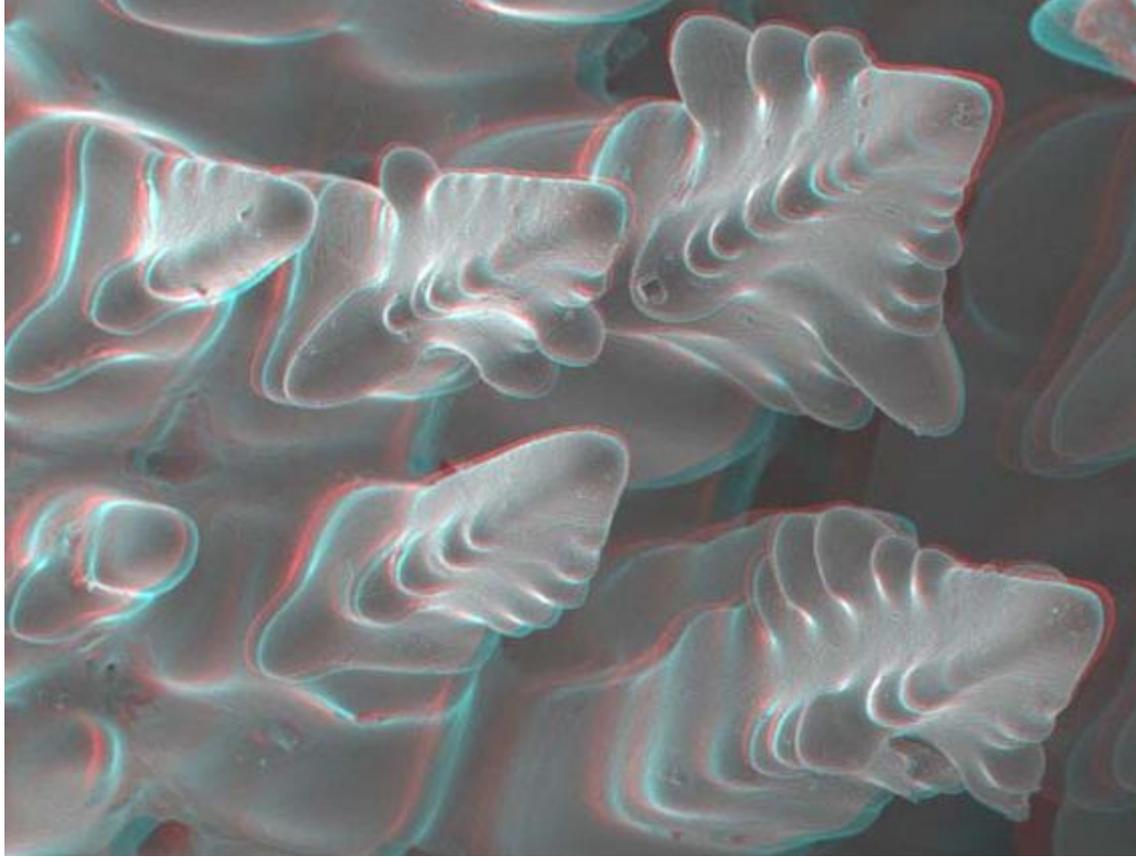
# SEM: stéréoscopie



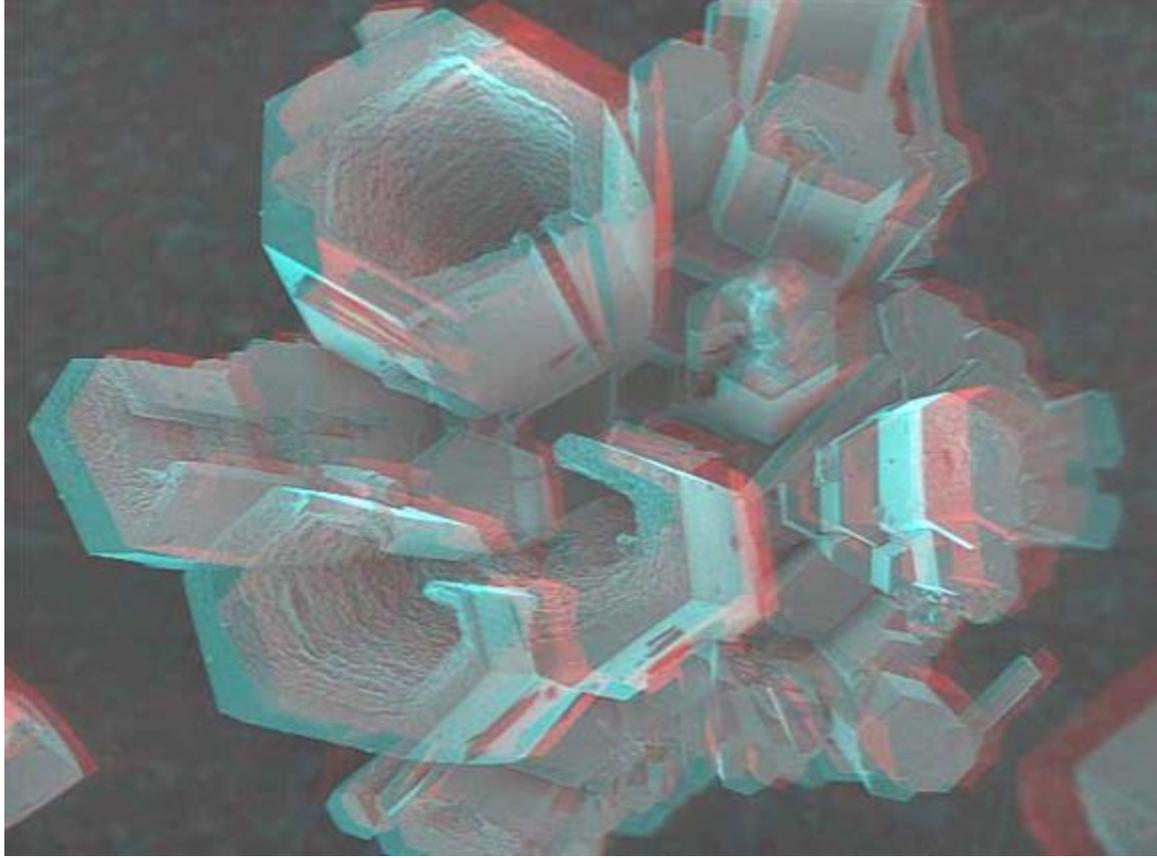
Reconstruction 3-D (false colors)



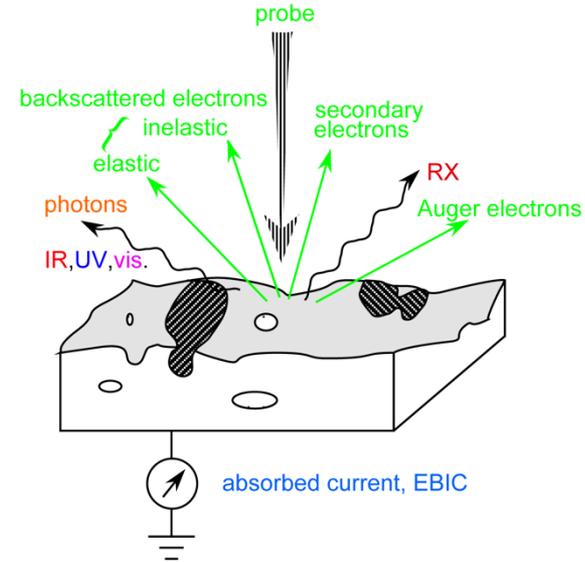
# SEM: stéréoscopie



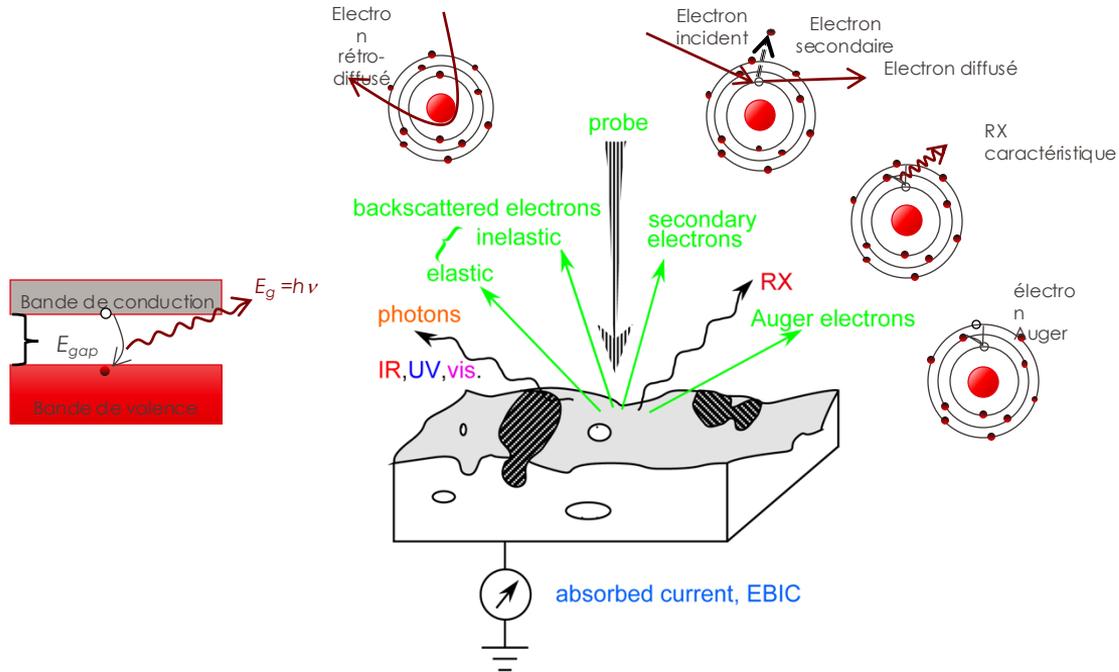
# SEM: stéréoscopie



- Réponse aux é incidents
  - Electrons secondaires, SE (Secondary Electrons): topographie, faible énergie  $\approx 0 - 30$  eV
  - Electrons rétrodiffusés, BSE (Back scattered Electrons): numéro atomique  $Z$ , énergie  $\approx E_0 = eV_0$
  - Electrons Auger: ne sont pas détectés en SEM, analyse de surface
  - Cathodoluminescence: photons UV, IR, visible...
  - Courant absorbé, création de paires électrons-trous, EBIC
  - Plasmons
  - Chauffage de l'échantillon (phonons)
  - Dégâts d'irradiation (rupture de liaison chimique, déplacement d'atomes)



- Différents signaux sortant de l'échantillon



- Interaction inélastique
- Une partie de l'énergie de l'électron incident est dissipée
- (= > **perte d'énergie**)
- Interaction avec les électrons de valence ou de conduction (0-50 eV): **electrons secondaires**
- Interaction avec la vibration des molécules ou des atomes d'un cristal: **phonons** ( $\approx$ meV-100 meV)
- Interaction avec l'oscillation collective des électrons de la cible: **plasmons** ( $\approx$ 10 eV)
- Interaction avec les électrons de transition intra- et interbande: **é de transition** (intra- et interbande): **é de transition** ( $\approx$ meV – 1 eV)
- Interaction avec les électrons de cœur des atomes: **ionisation** ( $\approx$ 50 -150 keV). Fast secondary electrons (FSE)
- Pour des électrons incidents d'énergie > 100 keV, rupture de liaisons ( $\approx$ eV), déplacement d'atomes ( $\approx$ 5 – 50 eV). Attention, énergie de seuil 5-800 keV.

- Libre parcours moyen

Il donne la distance moyenne parcourue par un électron dans un échantillon avant de subir une interaction:

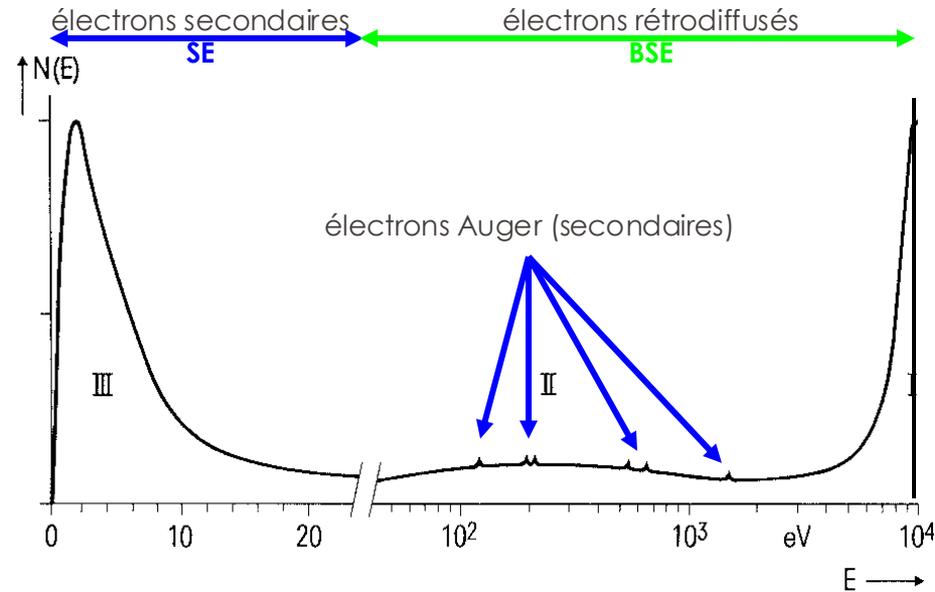
Libre parcours moyen élastique  $\lambda_{el}$ , inélastique  $\lambda_{in}$ , total  $\lambda_t$

$$l = \frac{1}{Q_T} = \frac{A}{N_0 S_T r}$$

$$\frac{1}{l_t} = \frac{1}{l_{el}} + \frac{1}{l_{in}}$$

$E$ [keV]		1	5	10	20	30	50	
C $Z=6$ $\rho = 2 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 3$	$\sigma_{el}$	0.65	0.11	0.055	0.027	0.018	0.012	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	$A_{el}$	1.5	9	18	37	55	83	nm
	$A_t$	0.4	2.3	4.5	9	14	20	nm
	$R$	0.033	0.49	1.55	4.9	9.7	22.6	$\mu\text{m}$
Al $Z=13$ $\rho = 2.7 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 1.5$	$\sigma_{el}$	1.26	0.31	0.16	0.08	0.053	0.034	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	$A_{el}$	1.3	5	10	21	31	49	nm
	$A_t$	0.5	2	4	8	12	20	nm
	$R$	0.025	0.36	1.14	3.6	7.1	16.7	$\mu\text{m}$
Cu $Z=29$ $\rho = 8.9 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.6$	$\sigma_{el}$	1.84	0.64	0.37	0.21	0.15	0.11	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	$A_{el}$	0.64	1.8	3.2	5.6	7.8	10.7	nm
	$A_t$	0.4	1.1	2.0	3.5	4.9	6.7	nm
	$R$	0.007	0.11	0.35	1.10	2.26	5.1	$\mu\text{m}$
Ag $Z=47$ $\rho = 10.5 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.4$	$\sigma_{el}$	3.09	1.15	0.71	0.43	0.32	0.22	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	$A_{el}$	0.5	1.5	2.4	4.0	5.3	7.7	nm
	$A_t$	0.4	1.0	1.7	2.8	3.8	5.5	nm
	$R$	0.006	0.09	0.29	0.93	1.8	4.3	$\mu\text{m}$
Au $Z=79$ $\rho = 19.3 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.2$	$\sigma_{el}$	3.93	1.60	1.05	0.67	0.52	0.37	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	$A_{el}$	0.43	1.0	1.6	2.5	3.3	4.6	nm
	$A_t$	0.36	0.9	1.3	2.1	2.7	3.8	nm
	$R$	0.003	0.05	0.17	0.51	1.0	2.3	$\mu\text{m}$

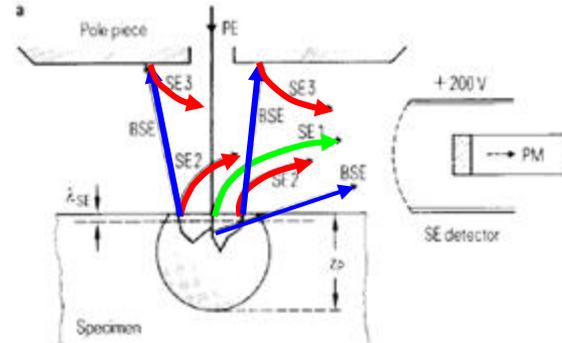
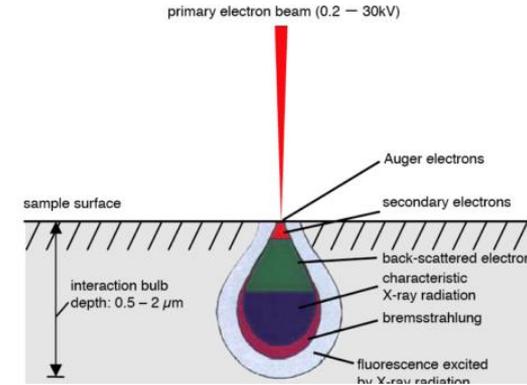
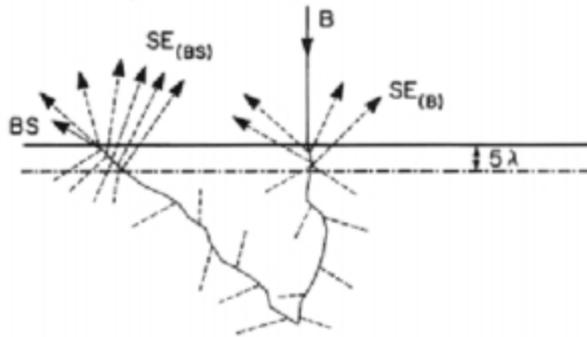
- Spectre d'énergie des électrons sortants



- Sources de contrastes principales
  - Electrons secondaires
    - Électrons arrachés à l'échantillon par les électrons du faisceau
    - Énergie faible < 50 eV
    - Libre parcours moyen ! très faible (qq nm)
    - Principalement émis au point d'impact
    - ...mais également lors de l'éjection d'électrons rétrodiffusés!
  - Electrons rétrodiffusés
    - Électrons du faisceau éjectés de l'échantillon après une ou plusieurs collisions élastiques ou inélastiques

- Divers types d'électrons secondaires

- **SE1**: é secondaires provenant du faisceau incident
- **SE2**: **BSE** quittant l'échantillon
- **SE3**: **BSE** arrivant sur l'environnement



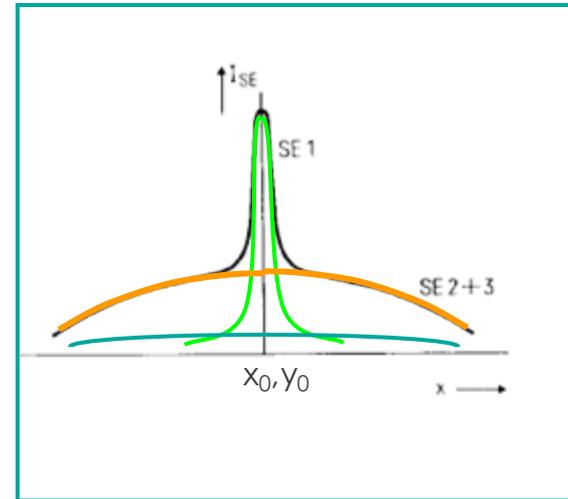
(from L. Reimer, Scanning Electron Microscopy)

- Délocalisation de l'information

SEM: "vrais" é secondaires SE1 et " BSE convertis" en secondaires SE2+SE3

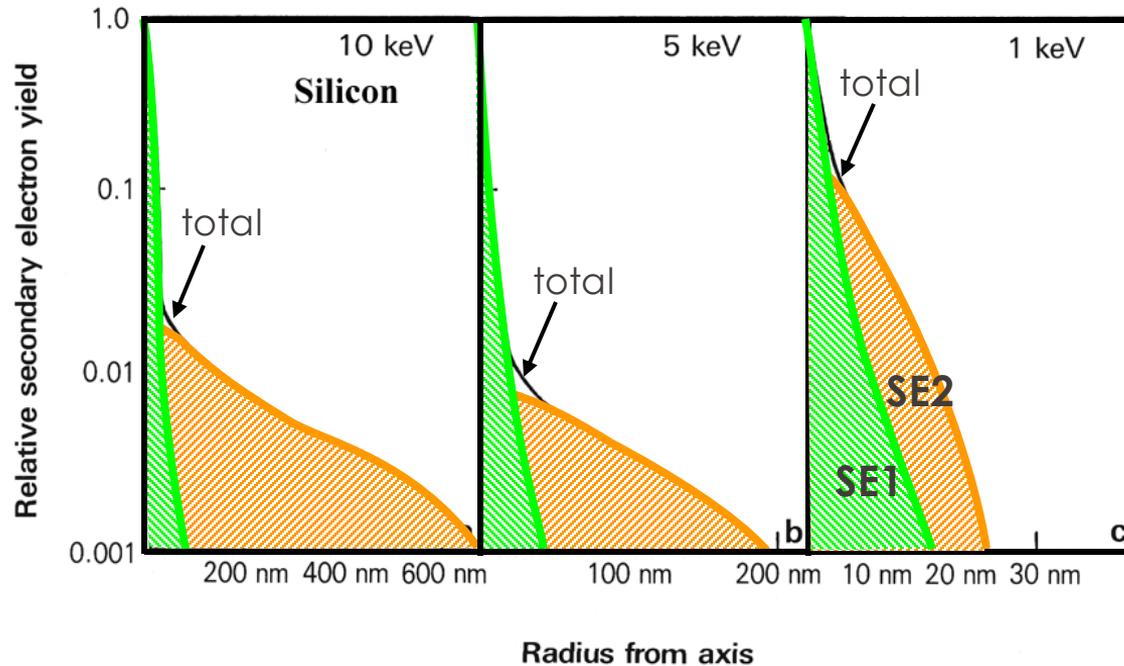
Bien que ce signal soit localisé proche de la sonde, son intensité n'est attribuée qu'au pixel correspondant à la position réelle de la sonde.

Le signal SE contient toujours une partie provenant de la sonde (SE1 haute résolution) et une partie provenant du volume d'interaction (basse résolution) SE2+SE3!

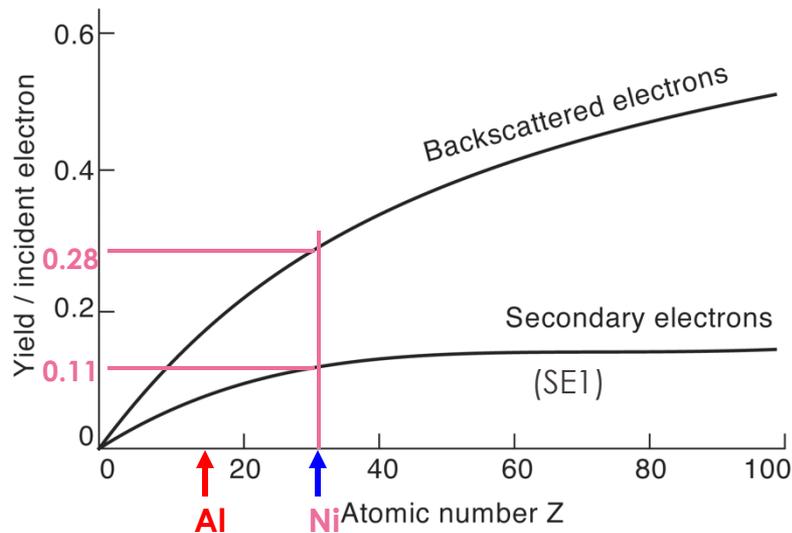


intensity and delocalisation of SE stemming from the probe at  $x_0, y_0$  (leading to the  $X_0, Y_0$  pixel intensity on the image)

- Contribution des SE1, SE2 et SE3 en fonction de l'énergie incidente



- Taux de SE et BSE en fonction de Z



Echantillon de **surface plane** (sans topographie) et perpendiculaire au faisceau incident (énergie intermédiaire  $E_0 \approx 15$  keV)

**Contraste** entre deux points i et j:

$$C = 2 \frac{I(x_i) - I(x_j)}{I(x_i) + I(x_j)}$$

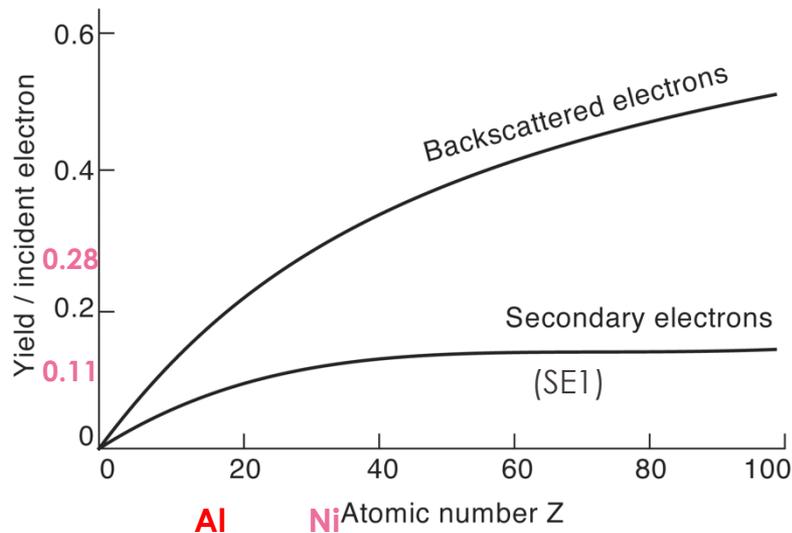
avec  $0 \leq C \leq 1$

**BSE: contraste « chimique »** pour tous les éléments (sensibilité  $\approx Z=0.5$ )

avec  $I_0$  l'intensité du faisceau incident,  $\eta$  la proportion de BSE

$$I_{BSE} = I_0 \eta$$

- Taux de SE et BSE en fonction de Z



**SE**: peu ou pas de contraste chimique, mais pour les éléments légers, le **contraste topographique** domine sur des surfaces rugueuses

$$I_{SE} = I_0 d + I_{SE3} = I_0 (d_1 + d_1 h + d_3 h)$$

avec  $\delta$  le rendement total de SE,  $\delta_1$  le rendement de SE1 et  $\delta_3$  le rendement de SE3 pour les matériaux entourant l'échantillon (pièces polaires...)

Echantillon de **surface plane** (sans topographie) et perpendiculaire au faisceau incident (énergie intermédiaire  $E_0 \approx 15$  keV)

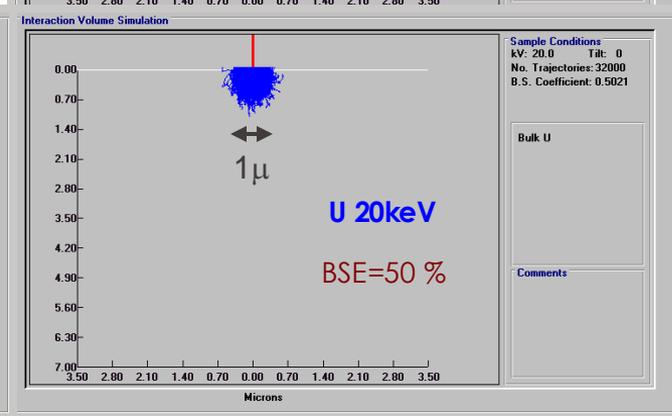
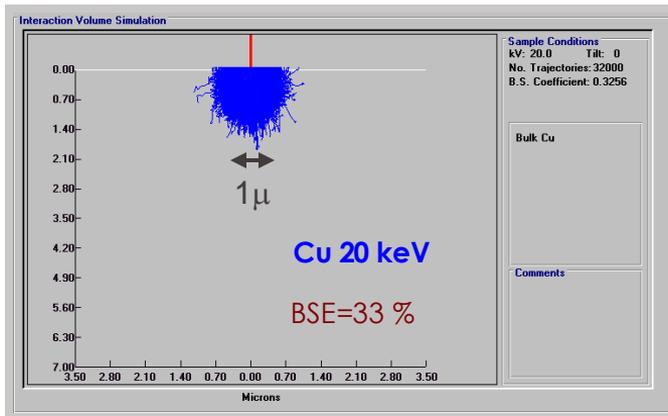
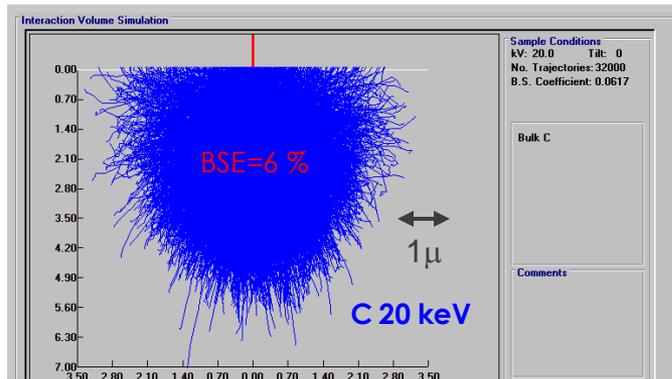
# SEM: simulation Monte-Carlo

- **Electron Flight Simulator** (\$\$\$ Small World / D. Joy)
  - vieux... DOS !!!!
  - <http://www.small-world.net>
  
- **CASINO** (Freeware)
  - " monte CARlo Simulation of electroN trajectory in sOlids "
  - by P. Hovongton and D. Drouin
  - <http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/What.html>

- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

$$V_{acc} = 20 \text{ kV} = \text{cte}$$

Profondeur de pénétration en fonction de **Z** et **proportion d'électrons rétrodiffusés** par simulation Monte-Carlo

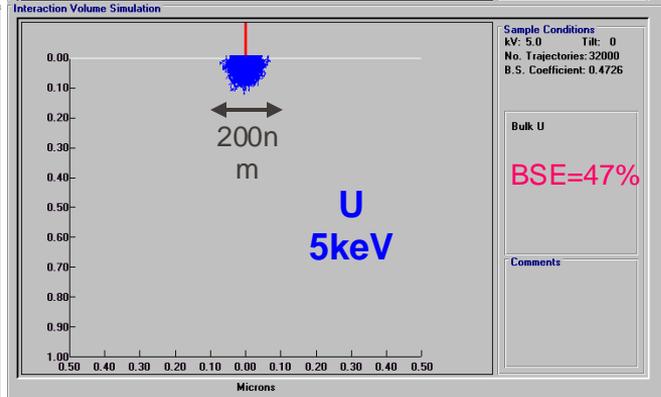
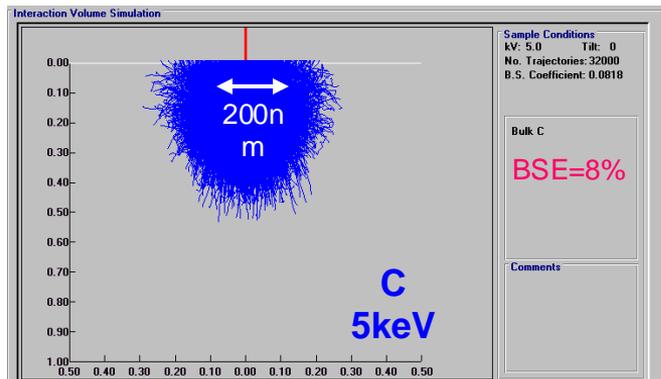
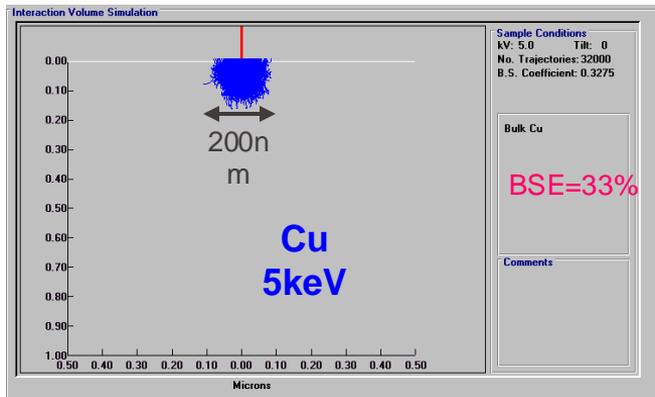


# SEM: volume d'interaction

- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

$$V_{acc} = 5 \text{ kV} = \text{cte}$$

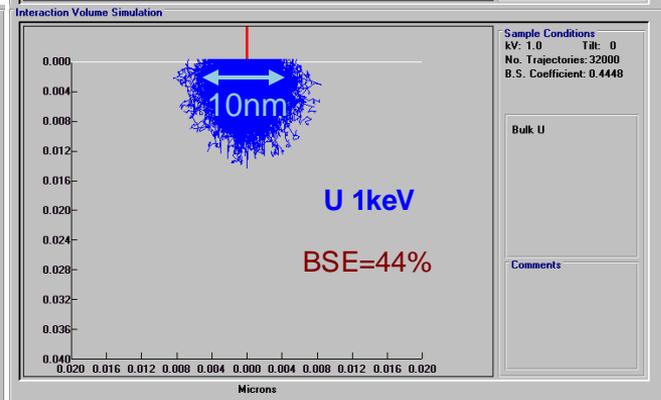
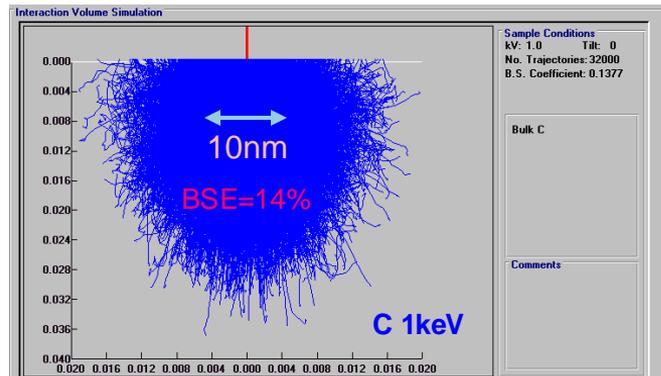
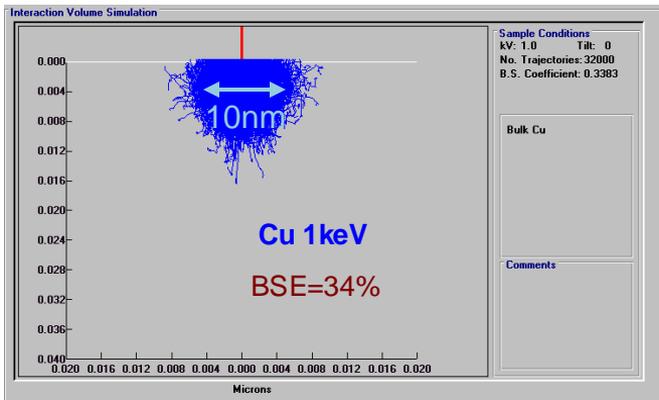
Profondeur de pénétration en fonction de **Z** et **proportion d'électrons rétrodiffusés** par simulation Monte-Carlo



- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

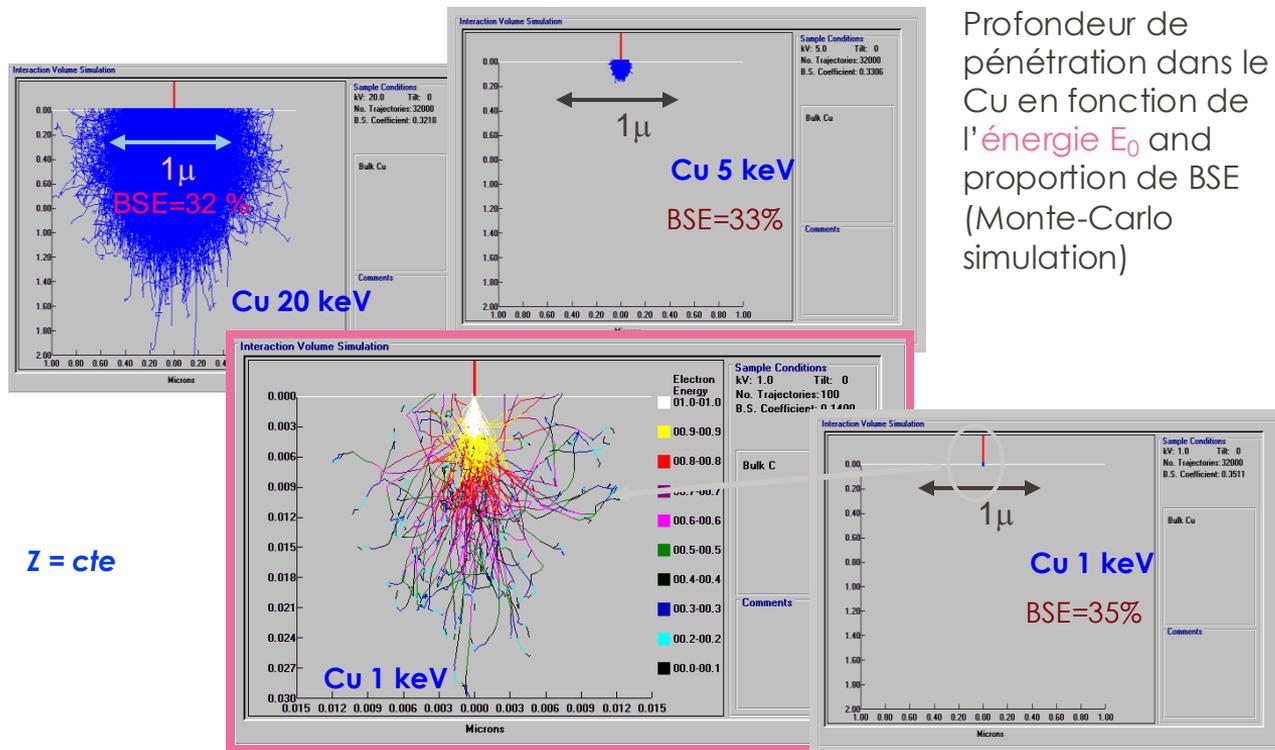
$$V_{acc} = 1 \text{ kV} = \text{cte}$$

Profondeur de pénétration en fonction de Z et proportion d'électrons rétrodiffusés par simulation Monte-Carlo



# SEM: volume d'interaction

- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

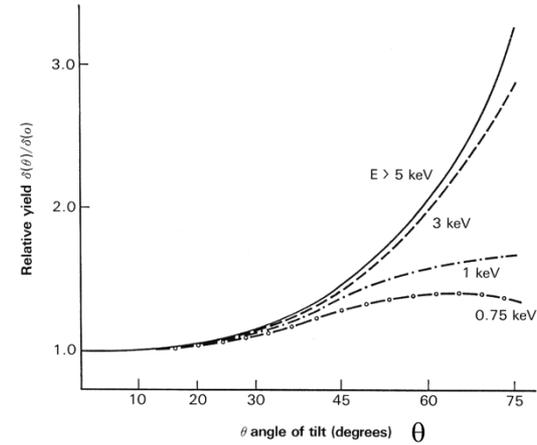
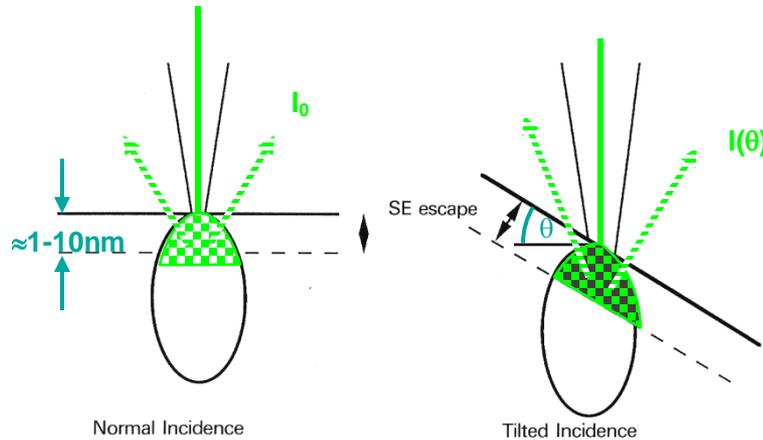


Profondeur de pénétration dans le Cu en fonction de l'énergie  $E_0$  and proportion de BSE (Monte-Carlo simulation)

$Z = cte$

- Contraste topographique
- Effet de l'inclinaison de la surface

Profondeur de pénétration ("range")  $\gg$  distance d'échappement des SE

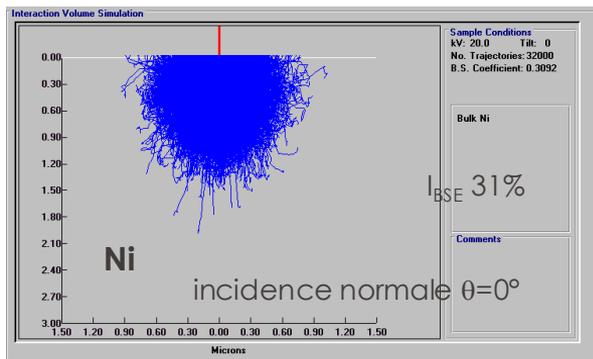


$$I(q) = I_0 d(q) @ \frac{I(0)}{\cos q}$$

Rendement relatif des SE en fonction de l'angle d'incidence à la surface de l'échantillon

(adapted from D.C. Joy Hitachi News 16 1989)

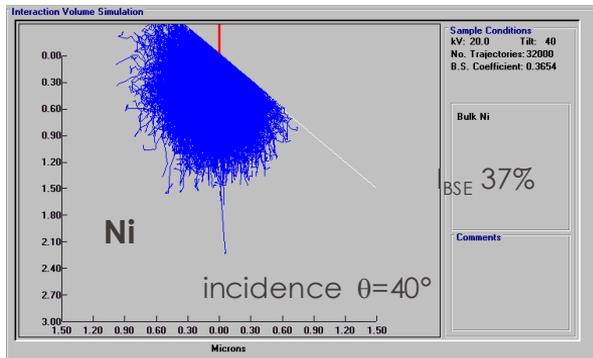
- Contraste topographique



Effet de l'inclinaison de la surface

Pour une position (x,y) de la sonde:

Les BSE proviennent d'un volume réparti autour de la sonde

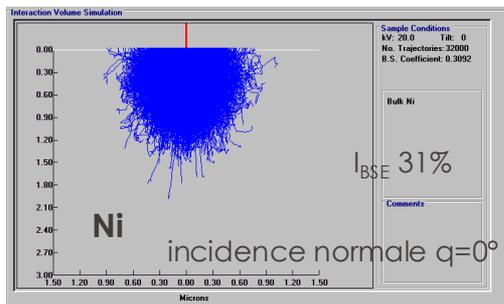


Les SE1 proviennent d'une fine couche de surface à l'entrée de la sonde

Les SE2 proviennent d'une fine couche de surface à la sortie des BSE

- Contraste topographique

$$C = 2 \frac{I(x_i) - I(x_j)}{I(x_i) + I(x_j)}$$

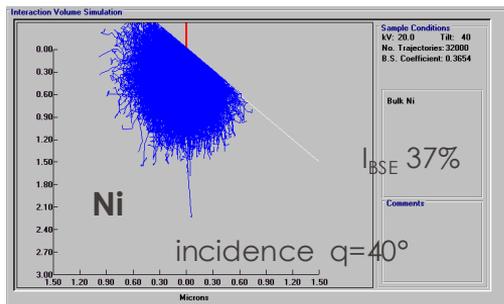


Contraste SE1

$$I_{SE}(0^\circ) = I_0 d = I_0 \times 10\%$$

$$C_{SE1} = 26\%$$

$$I_{SE}(40^\circ) = \frac{I_0 d}{\cos 40^\circ} = I_0 \times 13\%$$



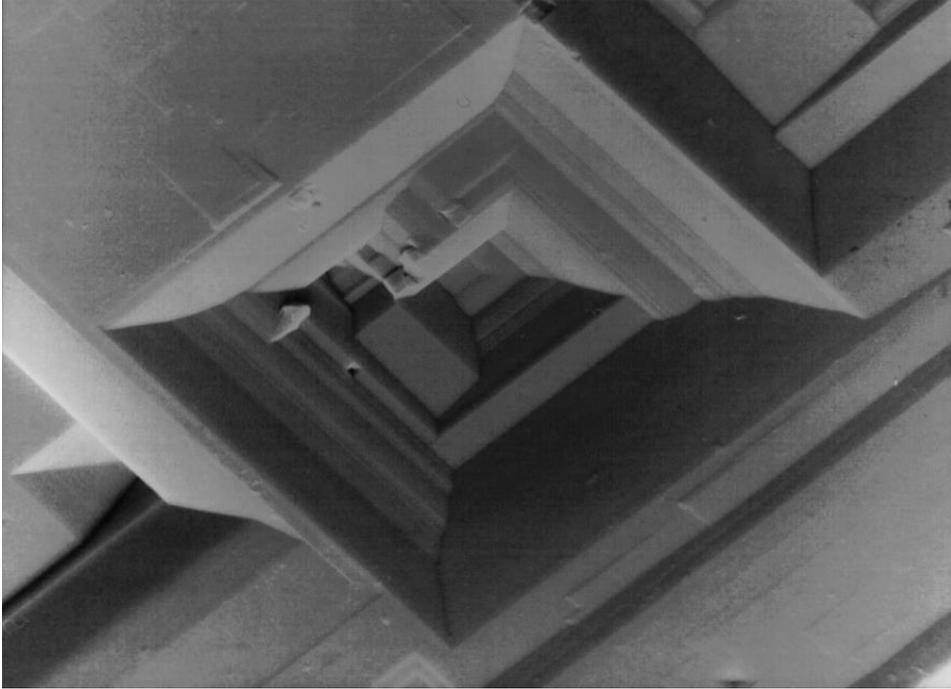
Contraste BSE

$$I_{BSE}(0^\circ) = I_0 h = I_0 \times 31\%$$

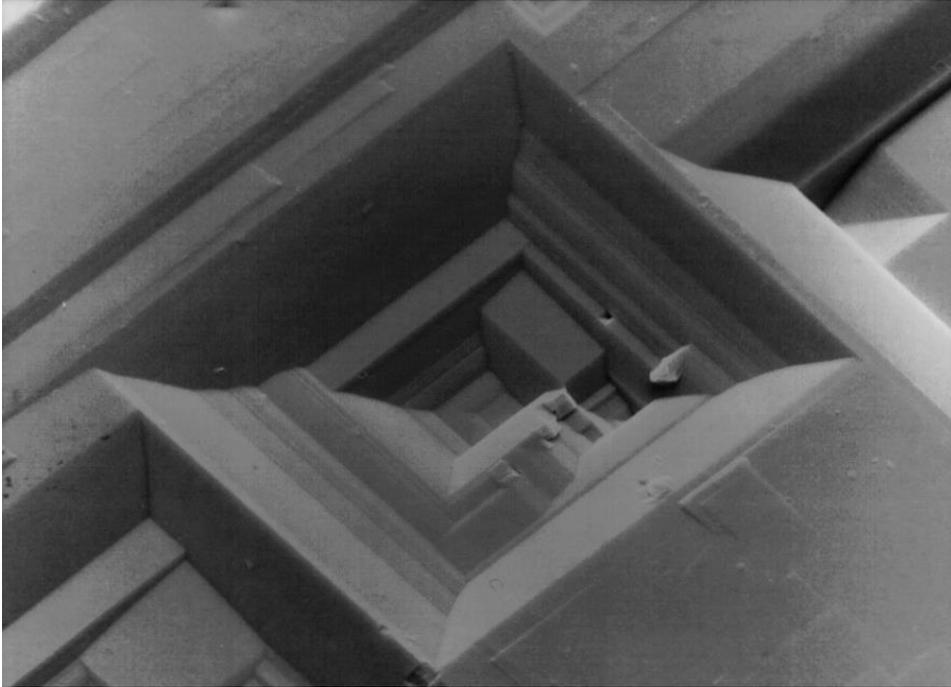
$$C_{BSE} = 18\%$$

$$I_{BSE}(40^\circ) = \frac{I_0 h}{\cos 40^\circ} = I_0 \times 37\%$$

Le contraste topographique des BSE n'est pas négligeable! Le contraste chimique uniquement n'est observable que sur des échantillons polis!



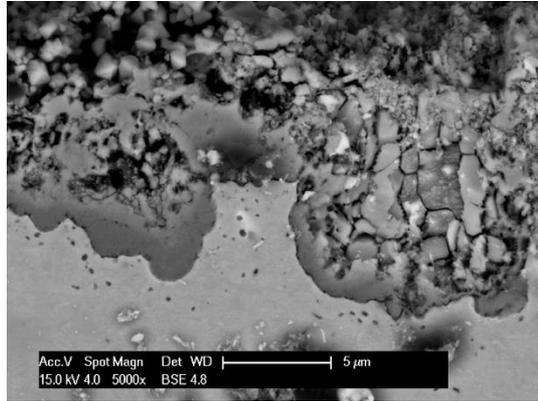
Qu'est-ce que cela suggère?  
Quelle information objective?



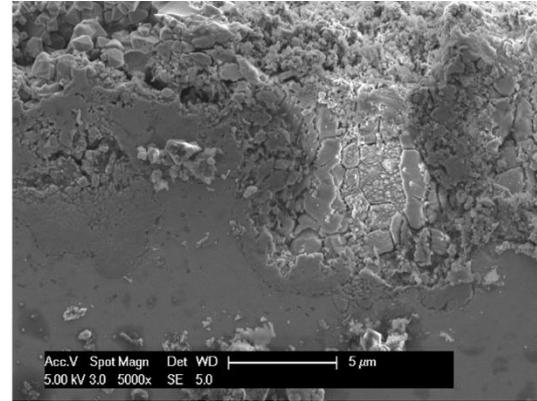
Qu'est-ce que cela suggère?  
Quelle information objective?

- Comparaison SE et BSE  
Contraste en Z

Contraste topographique



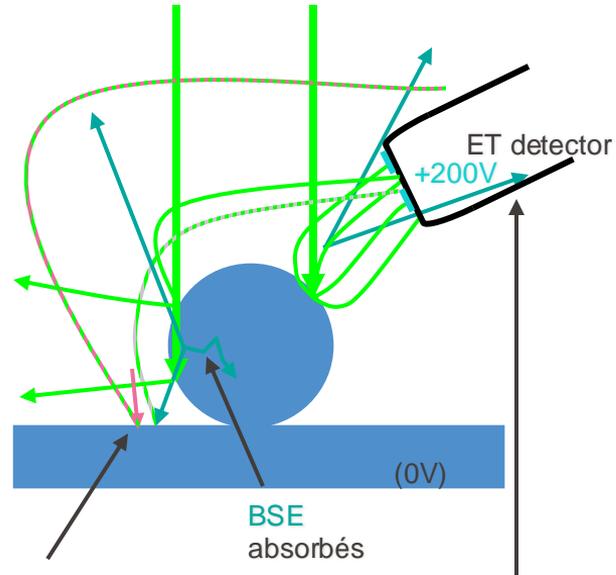
Détecteur d'électrons rétrodiffusés



Détecteur d'électrons secondaires

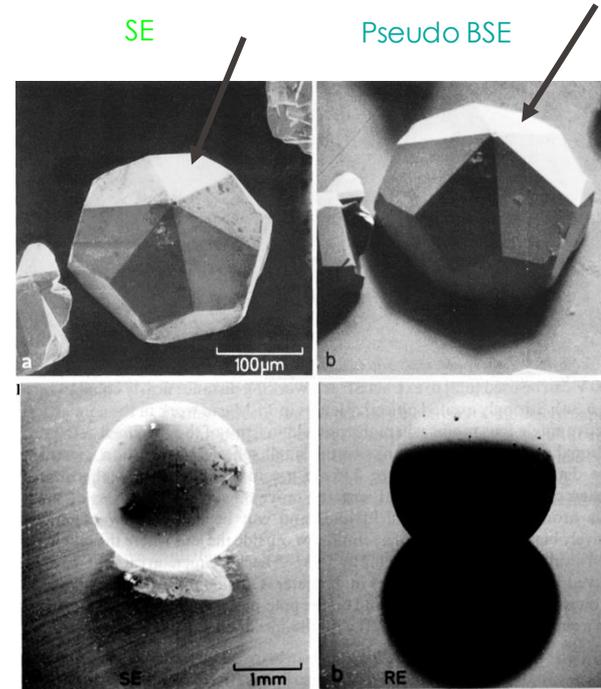
Interconnects en aciers utilisés dans des piles à combustible après usage

- Comparaison SE et BSE



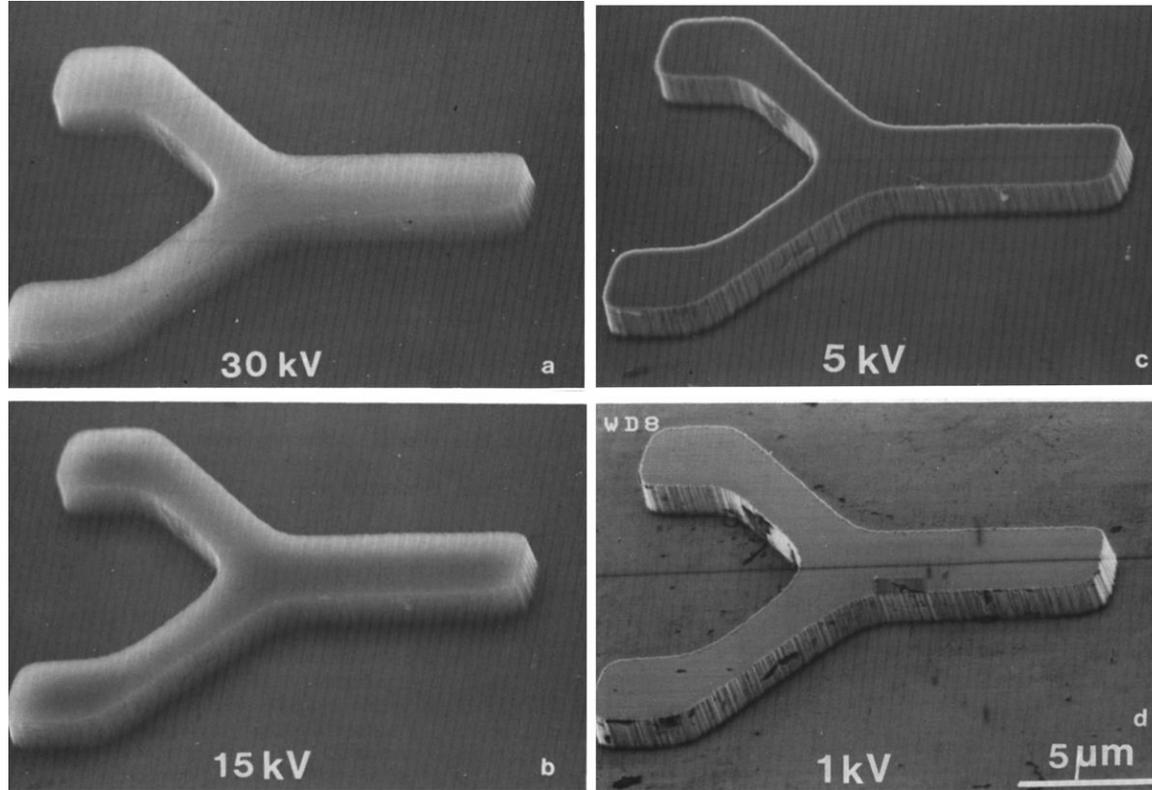
Les e<sup>-</sup> rétrodiffusés et transmis créent des SE, certains sont attirés dans le détecteur par le champ électrique

Les trajectoires des BSE ne sont presque pas affectées par le champ électrique, la plupart des BSE manquent le détecteur



L'observateur regarde en bas le long de la colonne et la "lumière" semble provenir du détecteur Everhardt-Thornley.

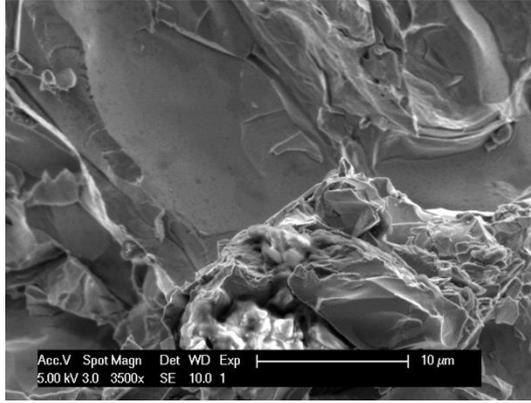
# SEM: tension d'accélération



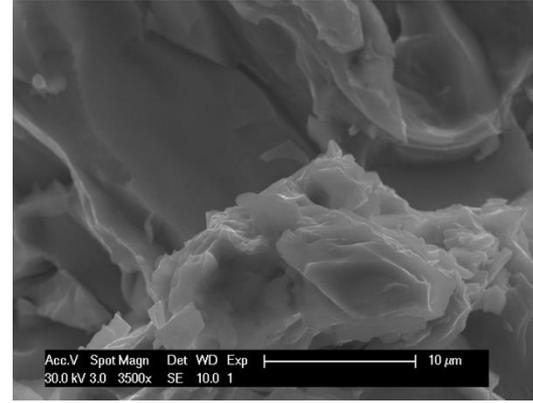
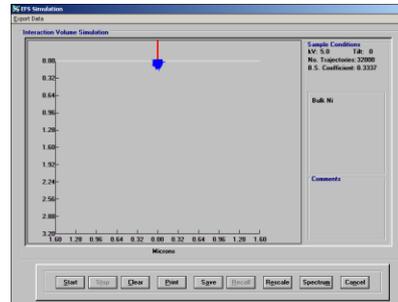
(from L.Reimer, *Image formation in the low-voltage SEM*)

# SEM: tension d'accélération

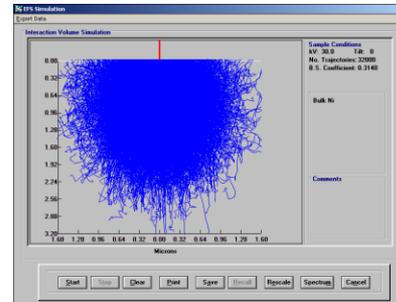
Accentuation du contraste à faible tension: il y a moins de délocalisation des SE2. Exemple: fracture dans un alliage Ni-Cr



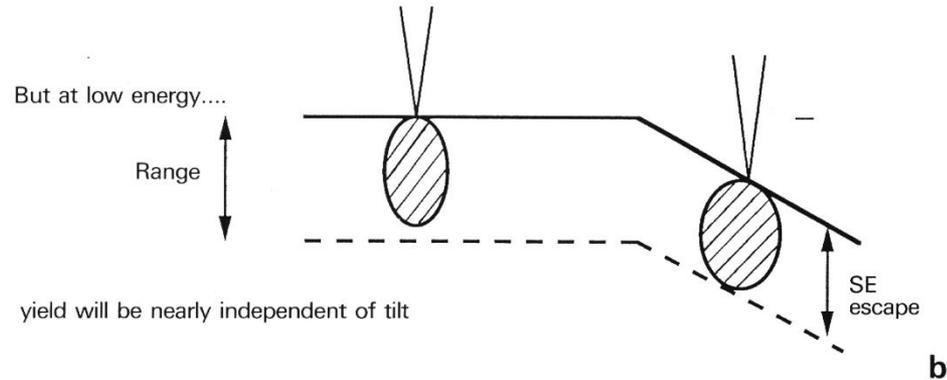
SE, 5 kV



SE, 30 kV



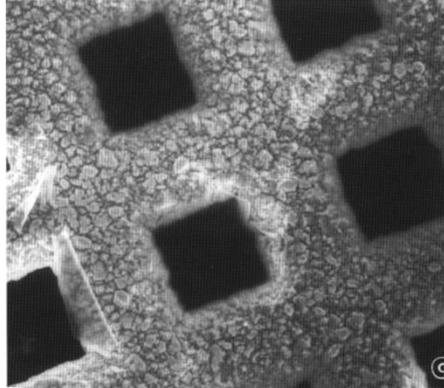
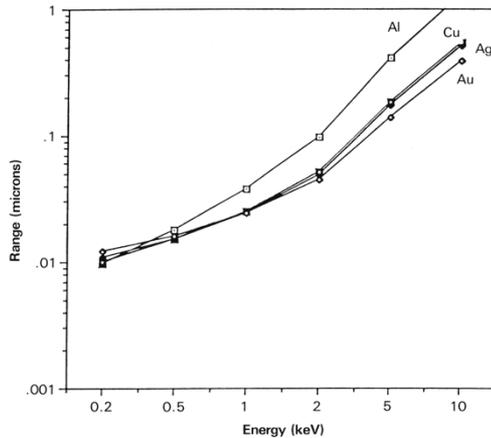
- Contraste topographique à faible énergie
- Effet de l'inclinaison de la surface



(adapted from D.C. Joy Hitachi News 16  
1989)

Effet de la tension d'accélération sur la pénétration et le signal SE

(from D.C. Joy Hitachi News 16 1989)



20kV

Carbon foil on top of a copper grid



2kV

20 kV:  
Forte pénétration,  
SE3/SE4 est un signal plus fort que le signal SE1/SE2.  
Cela révèle la grille de Cu sous le film de C via les BSE, mais la structure du film elle-même n'est pas visible.

2 kV:  
Faible pénétration,  
peu d'électrons atteignent la grille de Cu et la plupart des SE3/SE4 sont produits dans le film de C avec les SE1/SE2.  
Le film de C et ses défauts sont alors visibles.

Contraste en Z à faible énergie

A faible tension, le taux d'électrons rétrodiffusés n'est plus fonction monotone de Z

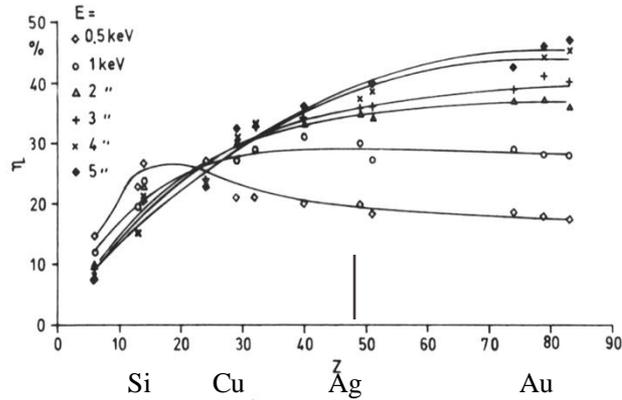
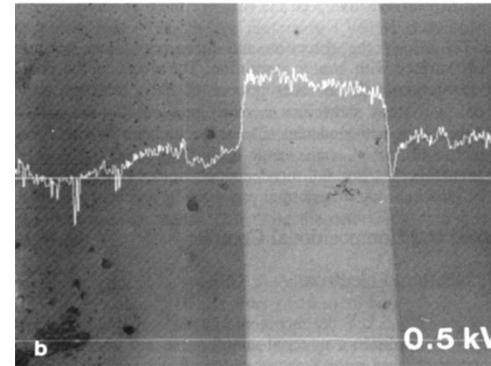
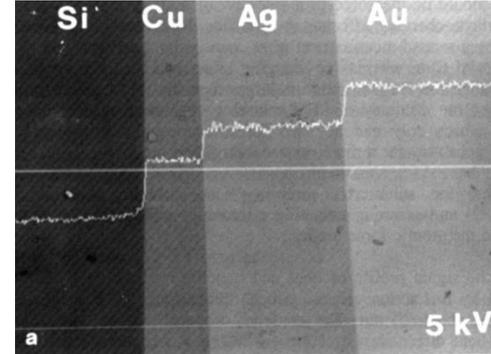


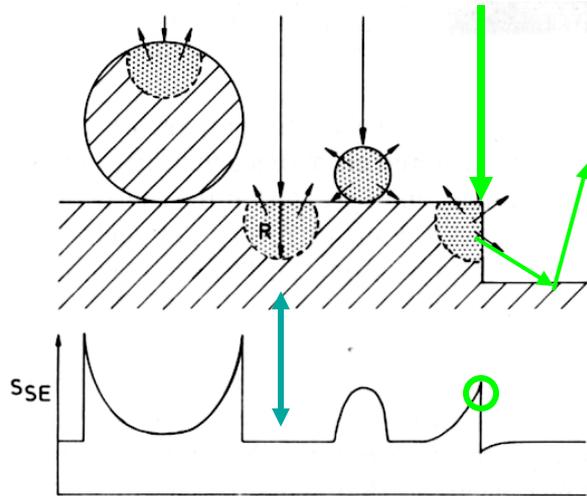
Fig. 4.1. Dependence of the backscattering coefficient  $\eta$  at normal incidence ( $\phi=0$ ) on atomic number  $Z$  for different electron energies.



from L.Reimer, Image formation in low-voltage SEM

# SEM: effet de bord

- Contraste topographique: effet de bord



Profil d'intensité sur l'image

Sphère < volume d'interaction:  
pas d'effet de bord

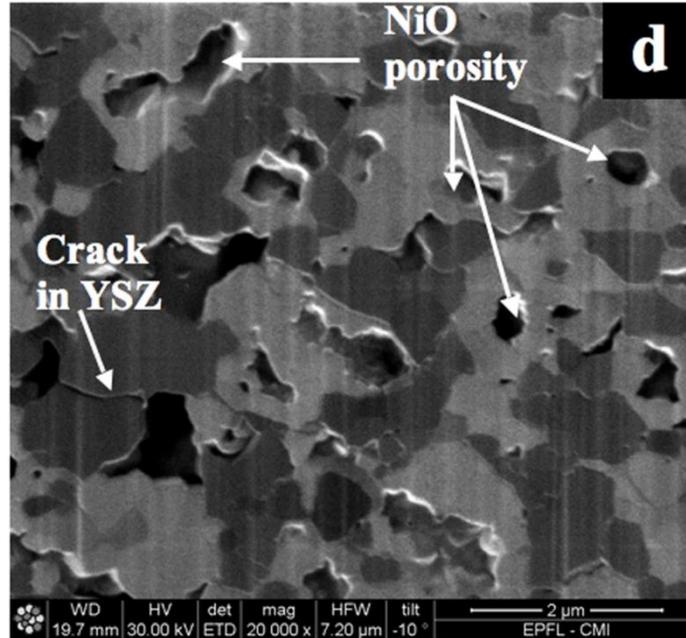
Sphère > volume d'interaction:  
des é la traversent et le support  
contribue également au signal

Faisceau incident sur un bord:  
des SE sortent sur deux côtés, et  
certains é incidents ressortent et  
génèrent des SE plus loin.

Ne pas oublier qu'au SEM le signal est lié à la position de la sonde, et non à la véritable position des SE émis!!!

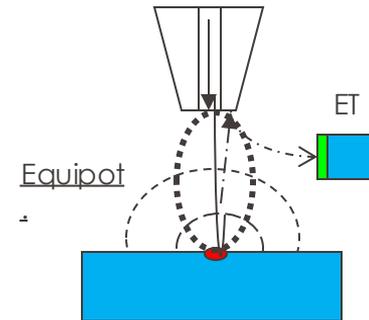
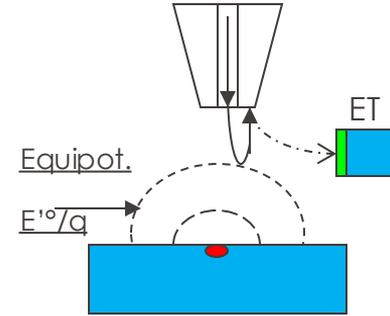
(adapted from L.Reimer, Scanning Electron Microscopy)

- Contraste topographique: effet de bord



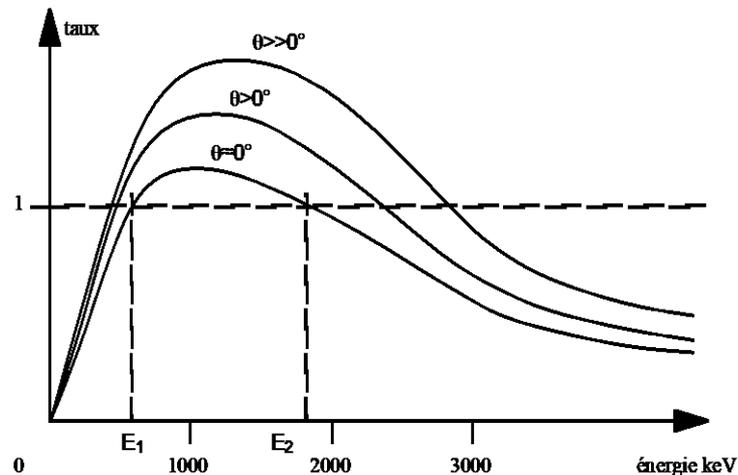
# SEM: effet de charge

- Charge sur des matériaux isolants
- Problème:
  - Accumulation de charge à la surface
  - Modification du faisceau incident
  - Modification des SE
- Solution:
  - Dépôt d'une fine couche conductrice (C ou Au)
  - Observation à faible énergie
  - Pression partielle (SEM environnemental)



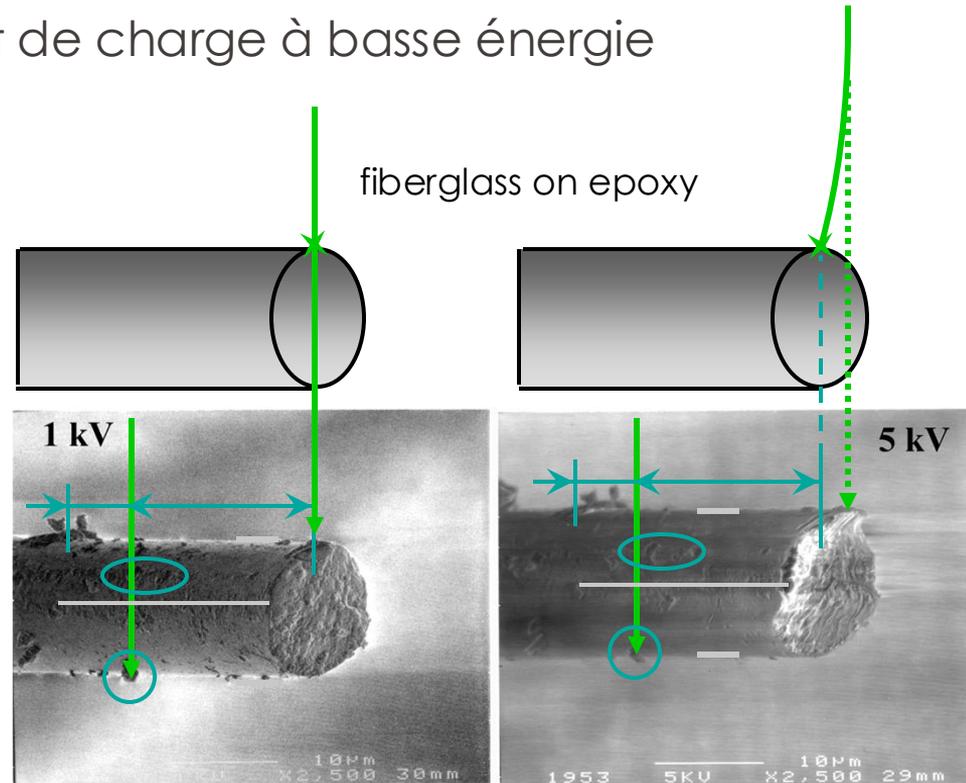
- Taux total (SE + BSE) pour un isolant

- $E_1$  et  $E_2$  sont les énergies critiques pour lesquelles 1 électron quitte la surface pour un électron incident: neutralité
- Lorsque  $eV_{acc} = E_2$  ou  $E_1$ , il n'y a pas d'effet de charge
- $eV_{acc} = E_1$  est instable
- $eV_{acc} = E_2$  est stable
- Attention:  $E_1$  et  $E_2$  sont spécifiques au matériaux, mais aussi à l'angle d'incidence  $\theta$



Attention: modèle simpliste, non quantitatif pour les isolants, car l'implantation et l'extraction de charge dépend de la vitesse de balayage et de la géométrie précise de l'échantillon

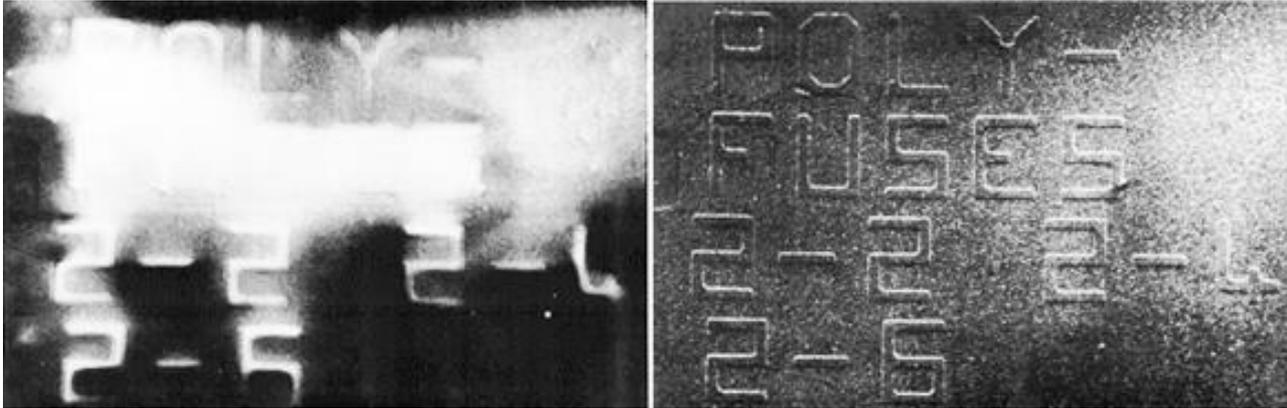
- Amélioration de l'effet de charge à basse énergie



# SEM: effet de charge

- Amélioration de l'effet de charge à basse énergie

*Masque pour micro-électronique: substrat  $\text{SiO}_2$ , photoresist, en SE*



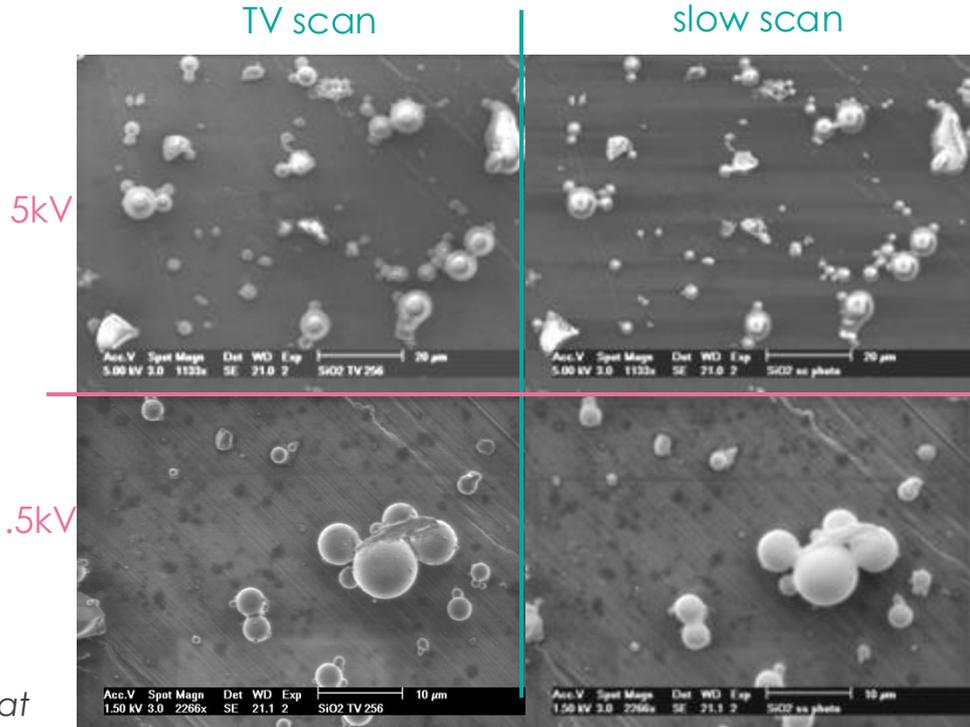
$V_{acc} \gg E_2$

$V_{acc} \approx E_2$

## Effet de charge sur particules de silice

Les charges à la surface des particules donnent des contrastes bizarres, qui font penser à des soucoupes volantes

À 1.5 kV, proche du point de neutralité, les particules retrouvent leur aspect sphérique



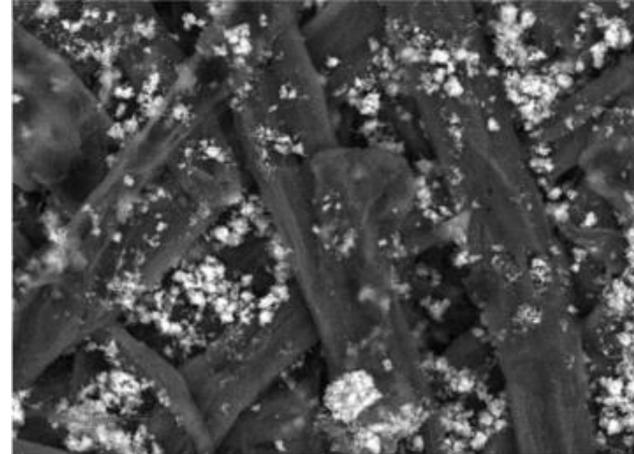
P.-A. Buffat

# SEM: effet de charge

- Amélioration de l'effet de charge: pression partielle

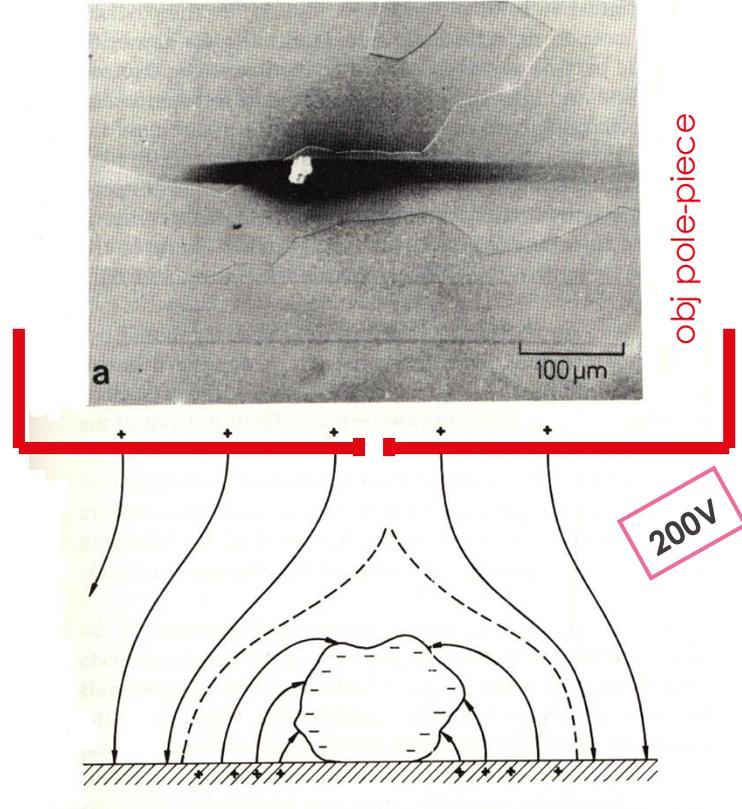


Papier, sous vide



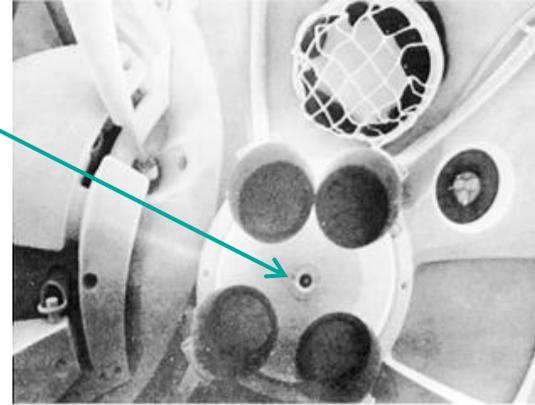
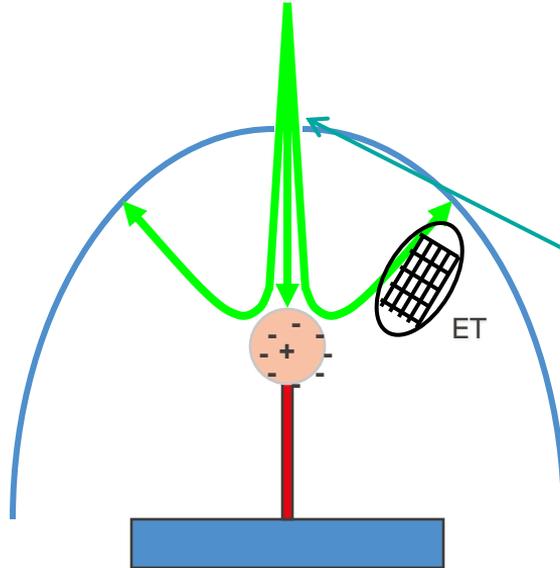
Papier, sous air, 40 Pa

- Charge sur une poussière
- Une poussière isolante accumule des charges négatives
- Un champ électrique est créé, et repousse les électrons incidents sur le substrat autour de la poussière



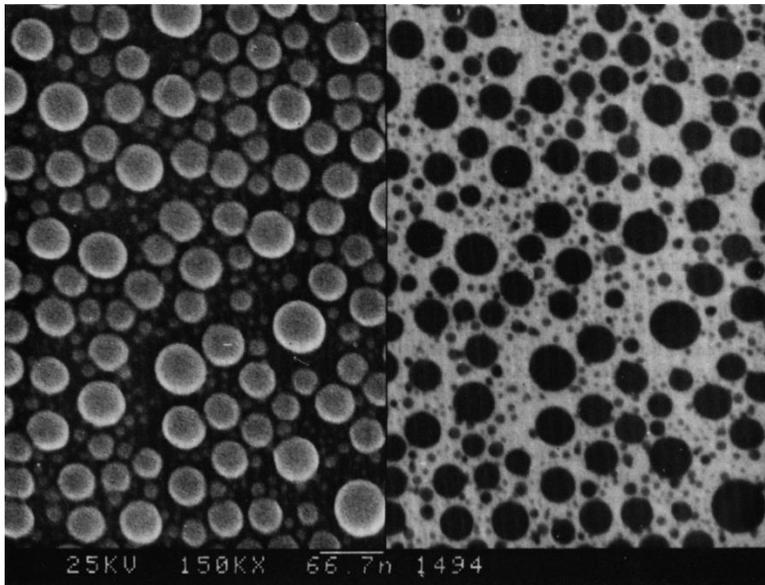
# SEM: effet de charge

- Charge extrême
- Les électrons incidents sont réfléchis et tapent sur la lentille du microscope



(adapted from Philips Bulletin)

- Limite physique de la résolution en SEM avec les SE



SE:  $e^-/e^-$  interaction  
coulombienne

STEM: Rutherford  
( $e^-$ /champ électrique  
dans l'atome)

Grains de Sn sur un film mince de C  
(supporté par une grille TEM en Cu)  
HRSEM 25 kV, 1 nm de résolution  
nominale

gauche: SEM mode SE

droite: scanning transmitted  
electrons (STEM)

La taille moyenne des grains paraît  
plus grande en SE (**12.3 nm**) qu'en  
STEM (**9.1 nm**)

"**Délocalisation**": la diffusion  
élastique en STEM (Rutherford) a lieu  
très près du noyau atomique alors  
que l'interaction inélastique  $e^-/e^-$   
coulombienne nécessite l'éjection  
d'un SE