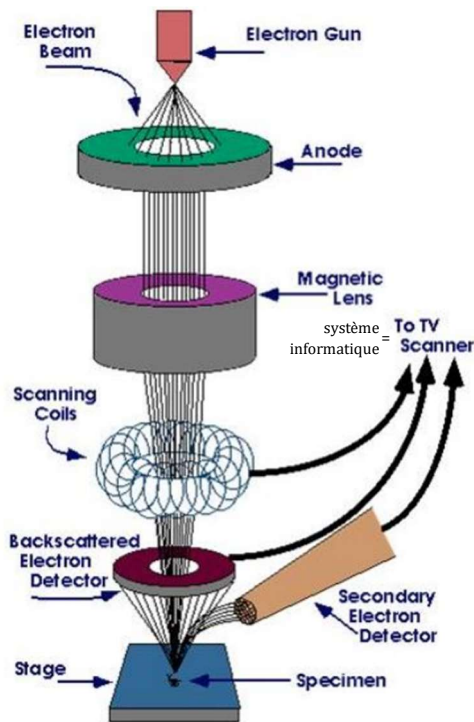


Résumé microscopie SEM : Microscope Electronique à Balayage

1. Principe



Les déflecteurs (bobines) permettent de diriger le faisceau qui balaye la surface de l'échantillon point par point à l'aide d'un générateur de balayage (sonde). L'image est enregistrée comme telle par le système informatique.

- L'intensité de chaque pixel est proportionnelle au signal reçu (SE ou BSE).
- Changement de grandissement $\Rightarrow$ changement de la taille de la zone balayée et la trame.
- Grandissement $\approx$ taille de l'image (écran) $\div$ taille de la trame sur l'échantillon.
- La résolution est de 10 nm à 1 nm (dans le meilleur des cas).

La trame = le quadrillage de l'image en différents pixels.

2. Sonde électronique

- La brillance doit être la plus élevée possible lorsque le spot sur l'échantillon est très petit pour obtenir un signal de détection fort :

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

Les ouvertures α en microscopie électronique ne sont que de l'ordre de 10^{-2} à 10^{-3} radians.

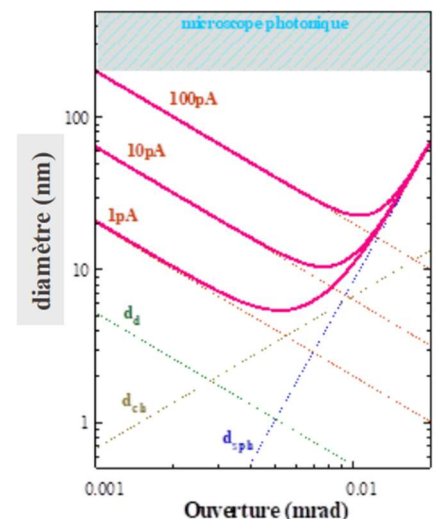
- Critère de Rayleigh : limite de résolution à partir de laquelle on ne peut plus discerner deux objets situés à une distance d l'un de l'autre. Si d diminue, les deux tâches se superposent.

Le pouvoir séparateur : $\rho = d = \frac{0.61\lambda}{O_n}$, où $O_n = n \cdot \sin \alpha$ (l'ouverture numérique).

- Condenseurs parfaits : Brillance infinie, pas d'aberrations, réduction du faisceau avec des lentilles.
- On peut réduire la taille minimale de la sonde en modifiant le diaphragme et la tension d'accélération.

Mais différents problèmes qui s'accumulent :

- Aberrations sphérique : s'il y a trop d'ouverture les électrons vont passer à côté de la lentille : d_{sph} .
- Aberrations chromatique : la lentille n'a pas le même effet sur les électrons de différente énergie : d_{ch} .
- Diffraction : si ouverture trop faible : d_d .
- Conservation de la brillance : d_g .



Diamètre de la sonde en fonction de l'ouverture du diaphragme (et de la vitesse des électrons).

3. Résolution

Paramètres limitant la résolution :

- Pour un fort grandissement : taille de sonde doit être petite pour ne pas perdre de détails, $\rho \approx d_{sonde}$ (ρ = taille d'un pixel).
- Pour un faible grandissement : taille des *pixels* de l'écran $d_{écran}$ (ou du support d'enregistrement d'image) doit être grande, $\rho \approx d_{écran} / \text{grandissement}$.

(grandissement = taille pixel de la trame ÷ taille pixel écran = taille trame totale ÷ taille écran total car un pixel de la trame donne un pixel de l'écran).

- Le volume d'interaction (génération de SE2+SE3 provenant des BSE).
- Aberration sphérique et chromatique (et astigmatisme mais corrigé facilement).
- Longueur d'onde et phénomènes de diffraction (critère de Rayleigh).

Comment améliorer la résolution :

1) Diminuer le courant de sonde (intensité) :

Courant ↓ → d_{sonde} ↓ → meilleure résolution.

2) Réduire le volume d'interaction en réduisant la tension d'accélération :

Le volume d'interaction fausse les informations car des émissions d'autres atomes sont comptées. En réduisant la tension on le diminue, car les électrons moins énergétiques pénètrent moins loin dans l'échantillon, donc bonne résolution mais ne voit que surface.

3) Réduire la taille de la sonde :

- a) Avec un bon système de lentilles, (focalisation avec lentille « objectif »)
- b) En réduisant l'ouverture (diaphragme), mais implique perte de courant
- c) En augmentant la tension d'accélération (car force de Lorentz et vitesse, mais $V_{interaction}$ ↑, généralement on préfère une plus petite tension pour la résolution → compromis à trouver).

4) Réduire C_{sph} en utilisant :

- a) Lentilles à courte focale (in-lens, semi in-lens, Snorkel)
- b) Correcteur de C_{sph} , slide 24.

5) Augmenter la brillance en utilisant :

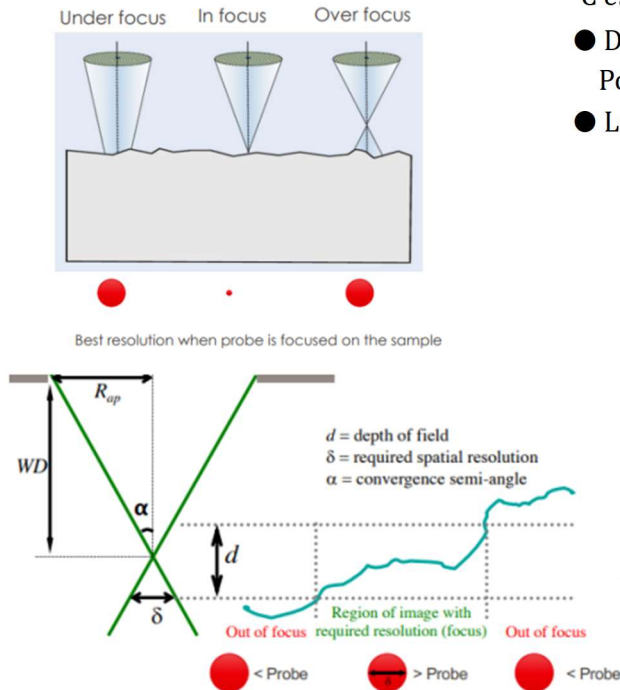
- a) Canon à émission de champ
- b) Emission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky.

→ Voir relation de conservation de brillance (le diamètre virtuel diminue quand la brillance augmente ce qui veut dire que la taille de sonde diminue)

6) (Avec Dispositif spécial) :

Réduire C_{sph} et augmenter la brillance en utilisant des colonnes sous tension (Gemini, XL30) (travail à haute tension mais électrons ralentis à la fin)

4. Profondeur de champ



C'est l'étendue de la zone de netteté.

- Dépend du diamètre de la sonde au point d'impact :
Pour avoir une image nette : $d_{sonde} < 2 \cdot d_{min\ sonde}$.
- La profondeur de champ augmente lorsque α diminue :
 - Augmenter la distance de travail
 - Réduire le diaphragme de l'objectif

$$h_{prof.champ} = \max \left\{ \begin{array}{l} 2 \cdot d_{sonde} \frac{1}{\alpha} \\ 2 \cdot \frac{pixel_{image}}{G} \frac{1}{\alpha} \end{array} \right.$$

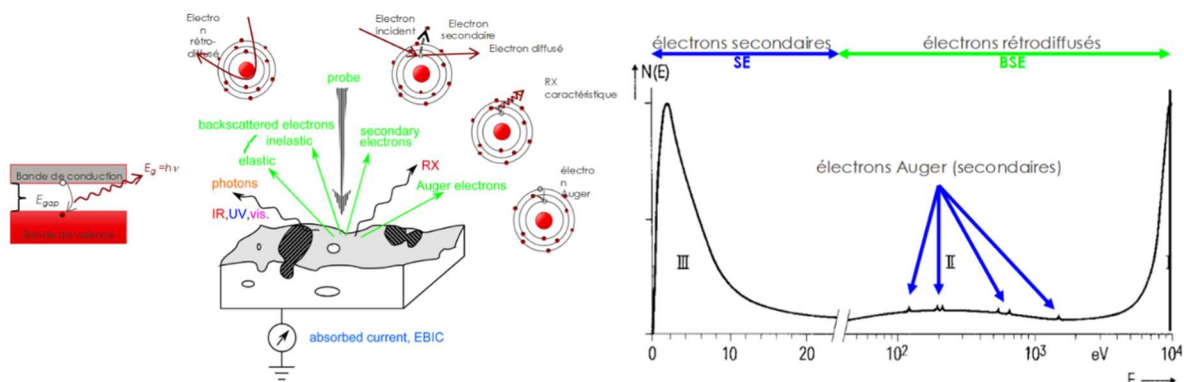
On ne peut pas la modifier pendant le balayage, engendrant une baisse de la netteté en fonction de la topographie.

5. Stéréoscopie

Permet la mesure de profondeur, vision en 3D à l'aide d'images prises avec des perspectives différentes (image décalée en bleu et rouge = anaglyphes). Des logiciels permettent de calculer et retranscrire le relief.

6. Signaux

Les SE sont de basse énergie (quelques dizaines d'eV, faible parcours moyen, détecteur à SE par faible champ électrique qui n'attire pas BSE), les BSE sont de hautes énergies. Les e⁻ Auger peuvent être détectés avec un détecteur et un SEM spécifique.



7. Contrastes

Sources de contrastes principales :

- SE : contraste topographique.
- BSE : contraste en Z.

Types d'électrons secondaires :

- SE1 : e⁻ secondaires provenant de la sonde (de la fine couche de surface balayée par le faisceau incident).

- SE2 : e⁻ secondaires produits par choc entre les BSE quittant l'échantillon et la fine couche de surface éloignée du faisceau incident.

- SE3 : e⁻ secondaires produits par choc avec les BSE arrivant sur l'environnement.

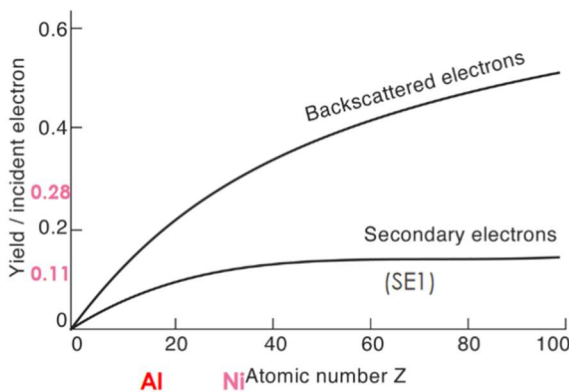
Signal SE_{total} = contribution de SE1, SE2, SE3.

Les SE2 provenant de la surface du volume d'interaction, qui inclut des atomes qui ne sont pas au niveau de la sonde, ainsi que les SE3 (BSE convertis) polluent la résolution.

Si $E_{\text{incidente}} \uparrow$ alors $V_{\text{interaction}} \uparrow$ donc beaucoup de SE2 et SE3, mauvaise résolution.

Contraste en fonction de Z :

Si on évite les trop faibles énergie (<1keV), le nombre de BSE augmente toujours avec Z ce qui permet d'avoir un **contraste « chimique » en Z**.



Intensité du contraste chimique :

$$I_{BSE} = I_0 \cdot \eta \text{ (avec } I_0 = \text{intensité du faisceau incident, } \eta = \text{proportion de BSE)}$$

• Pour les SE, la fonction atteint rapidement une asymptote horizontale. Pour les éléments lourds il n'y a pas de contraste en Z, et pour les légers il y en a peu mais, si on a des surfaces rugueuses, c'est le **contraste topographique** qui domine.

Intensité topographique :

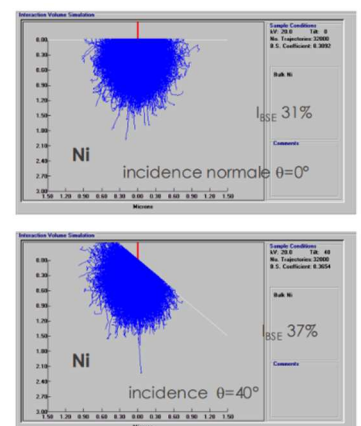
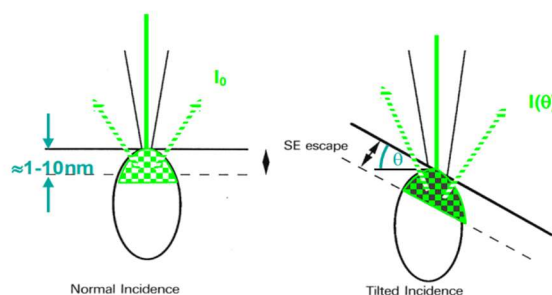
$$I_{SE} = I_0 \cdot \delta + I_{SE2} + I_{SE3} = I_0 \cdot (\delta_1 + \delta_1 \cdot \eta + \delta_3 \cdot \eta)$$

(δ = rendement total de SE = nbre e⁻ incidents/nbre e⁻ secondaires, δ_1 = rendement de SE₁, δ_3 = rendement de SE₃, η = proportion de BSE)

Contraste topographique :

Un volume incliné a une plus grande surface → signal plus fort.

A faible énergie < 1 keV : les électrons s'échappent du volume donc l'inclinaison de la surface n'a pas d'effet.



Surface contrastée : il est indispensable de connaître l'emplacement de la source pour comprendre la topographie.

SE vs BSE :

- Les électrons rétrodiffusés créent des SE, certains sont attirés dans le détecteur par le champ électrique.
- Les trajectoires des BSE ne sont pas affectées par le champ électrique, la plupart des BSE manquent le détecteur (pas sensible à un champ électrique si faible).

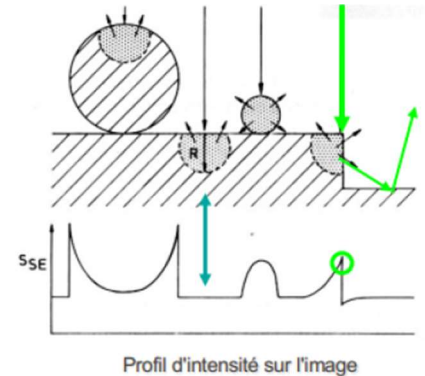
Effet de la tension d'accélération sur la pénétration et le signal SE : passer au travers du matériau.

Ex : film C sur grille Cu.

8. Effet de bords

Les bords (soit des particules dont $V_{particule} > V_{interaction}$, soit des coins) produisent + de signal, ils apparaissent plus clairs. Ceci est dû à leur pente élevée (inclinaison de la surface, pente infinie dans le cas d'un coin).

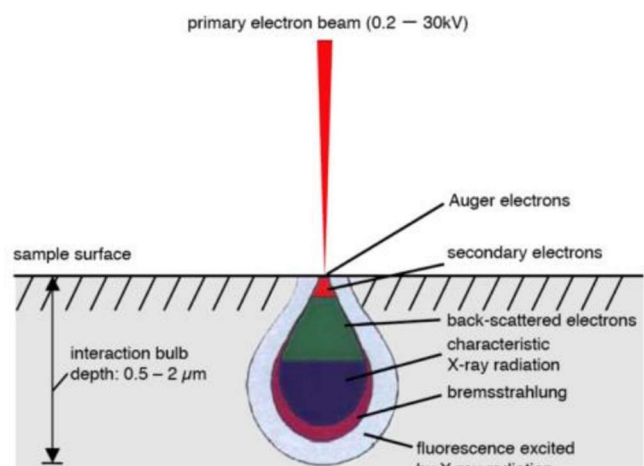
En effet, le volume d'interaction est plus grand et donc la surface de laquelle les SE peuvent sortir est plus grande. Ainsi, une plus grande proportion de SE arrive jusqu'au détecteur.



Pour le cas des coins, il y a aussi une possible réflexion des BSE sur une surface plus basse, ce qui génère de nouveaux des SE de cette surface.

9. Volume d'interaction

Lorsque le faisceau d'électrons primaires interagit avec la matière, les électrons perdent de l'énergie et créent un volume en forme de poire dans l'échantillon, appelé volume d'interaction. Ce volume reflète la profondeur de pénétration des différents électrons dans la matière, variant de 0.5 à 2 μm . La taille du volume d'interaction est influencée par l'énergie d'atterrissage des électrons, le numéro atomique et la densité de l'échantillon. Une tension plus grande permet une pénétration plus profonde dans l'échantillon, et donc un volume d'interaction plus large. L'angle d'incidence joue également un rôle : plus il est grand, plus le volume d'interaction est réduit.



10. Effet de charge

Charge sur des matériaux isolants :

Problèmes :

- Accumulation de charge à la surface (différence entre électrons entrant et sortant).
- Modification du faisceau incident.
- Modification des SE.

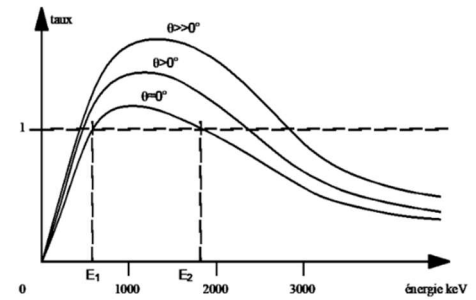
Solutions :

- Dépôt d'une fine couche conductrice (C ou Au).
- Observation à faible énergie.
- Utilisation d'un SEM environnemental (en augmentant la pression) ou d'un « charge compensator » (neutralisation grâce à un petit volume de gaz qui s'ionise et décharge l'échantillon).
- Augmenter la vitesse de balayage, ce qui peut générer beaucoup de bruit.

Taux d'extraction total (SE+BSE) pour un isolant :

- E_1 et E_2 dépendent du matériau et de l'angle d'incidence θ : énergies critiques $\rightarrow$ bilan neutre (1 e^- quitte la surface pour 1 e^- incident).
- Lorsque $eV_{acc} = E_1 \rightarrow$ instable | $E_2 \rightarrow$ stable, l'effet de charge est évité.

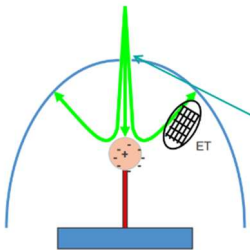
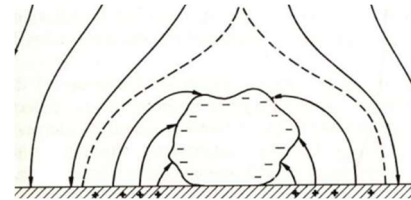
NB : modèle simpliste et non quantitatif, l'implantation et l'extraction de charges dépendant aussi de la vitesse de balayage et de la géométrie précise de l'échantillon.



Charge sur une poussière :

Poussière isolante accumule des charges négatives.

Un champ électrique est créé et repousse les électrons incidents sur le substrat autour de la poussière.



Charge extrême :

Les électrons incidents sont réfléchis et tapent sur la lentille du microscope. Dû à une pointe très isolante déviant le faisceau incident qui balaye alors l'intérieur de la chambre. Le cliché obtenu montre tout sauf l'échantillon.

Limite de résolution :

Le mécanisme d'interaction avec BSE est différent du STEM au SEM, fournissant des informations différentes (images différentes).