

SEM: microscopie électronique à balayage

Aïcha Hessler-Wyser

(Emad Oveisi)

PV-Lab, CIME

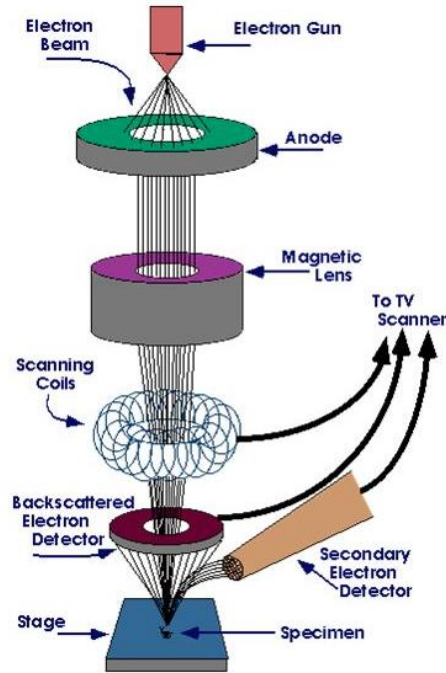
- Généralités
- Principe
- Sonde électronique
- Résolution
- Profondeur de champ, vision stéréoscopique
- Rappel interaction électrons-matière
- Contrastes
- Volume d'interaction
- Tension d'accélération
- Effets de bord, effets de charge

Correspond aux chapitres 1 à 8 du Goldstein

▪ Quel mode en SEM pour quelle application?

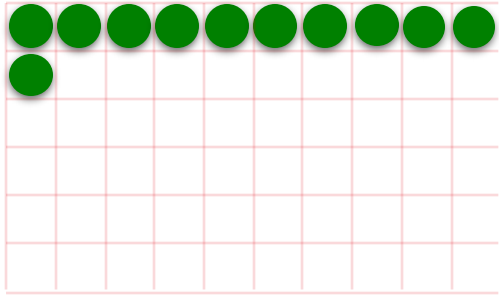
Morphologie, topographie	résolution \Rightarrow sonde fine
Contraste chimique	électrons rétrodiffusés \Rightarrow sonde à fort courant petit volume d'interaction \Rightarrow faible tension
Microanalyse par RX	tension d'accélération $> 2 \times$ seuils d'ionisation petit volume d'interaction \Rightarrow 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

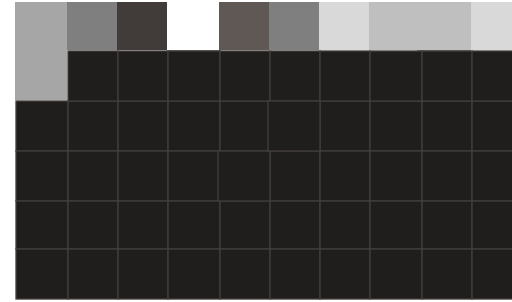


- Image formée point à point par le balayage séquentiel de l'échantillon à l'aide d'une sonde électronique
- Enregistrement de l'image par photographie d'un tube cathodique ou sous forme numérique (matrice de points)
- Echantillon massif
- Image de la "surface" de l'échantillon (couche de ≈ 1 nm à $1 \mu\text{m}$ 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



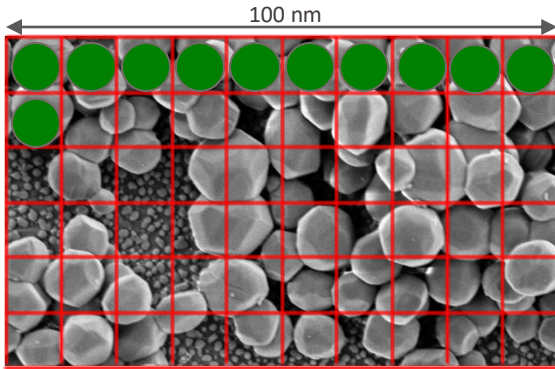
Contraste correspondant sur l'écran

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

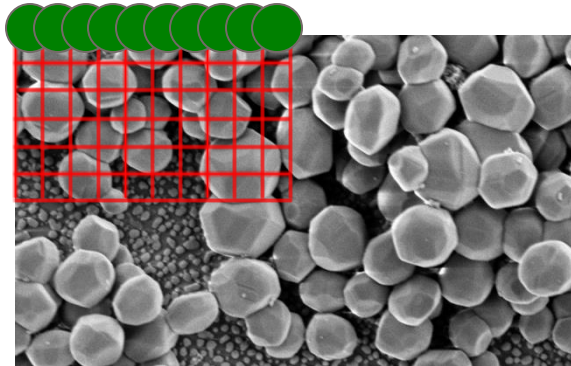
- Des déflecteurs balayent la surface de l'échantillon point par point grâce à un générateur de balayage
- Le moniteur et les déflecteurs sont synchronisés
- L'intensité de chaque pixel est proportionnelle au signal reçu (SE ou BSE)
- Lorsque l'on change le grandissement, on change la taille de la zone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

SEM: principe

Echantillon

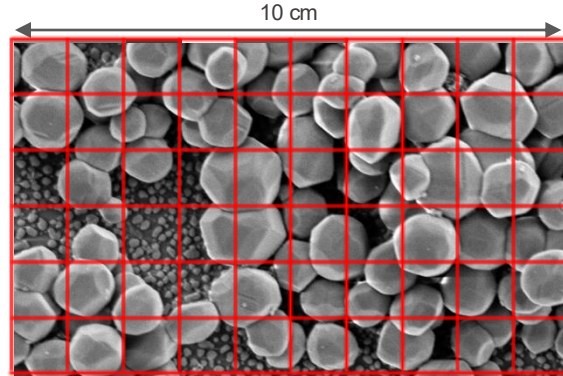


Scan step (i.e. pixel size) on the sample?

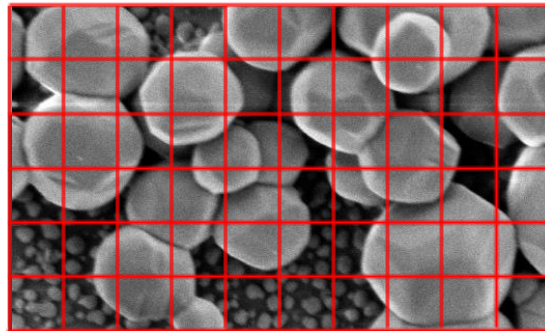


Scan step (i.e. pixel size) on the sample?

Moniteur



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** α . La source virtuelle est la zone d'où semblent provenir les électrons.

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

- 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

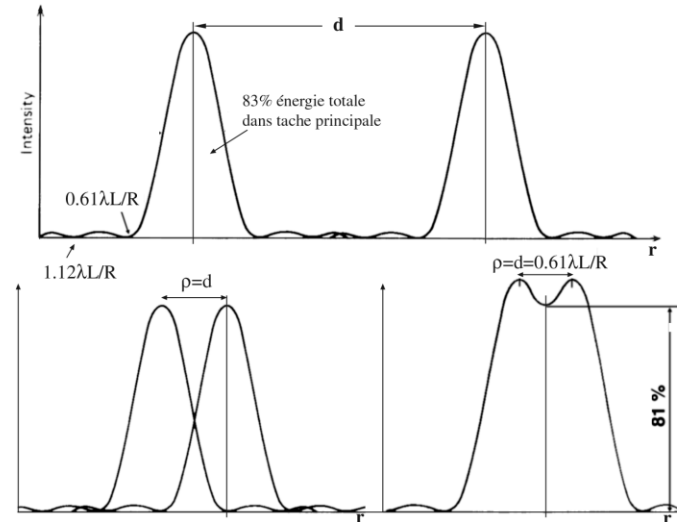
- Séparation d entre deux points d'une source
- Superposition entre les taches si d diminue
- Pouvoir séparateur:

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

avec O_n l'ouverture numérique.

$$O_n = n \sin \alpha$$

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



SEM: sonde électronique

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

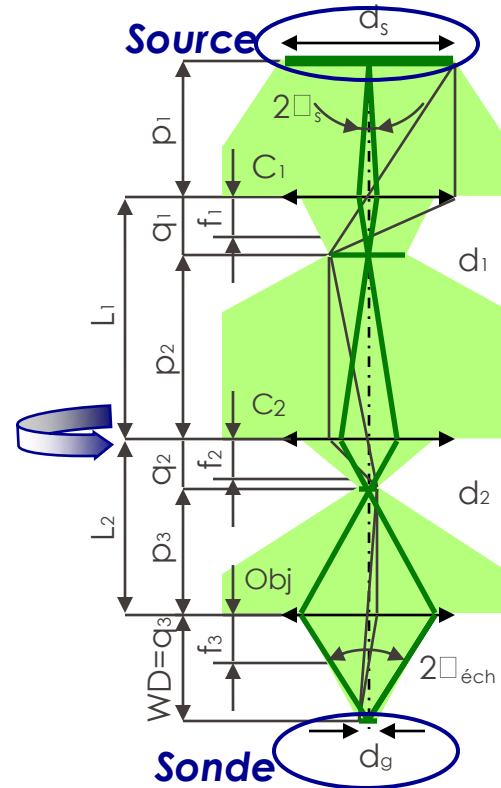
$$d_g = d_s \cdot M = d_s \cdot M_{C1} \cdot M_{C2} \cdot M_{C3}$$

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

$$\cong d_s \cdot \frac{f_1}{L_1} \cdot \frac{f_2}{L_2} \cdot \frac{WD}{p_1}$$

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

Oui, mais...



■ Résolution

- Aberration sphérique

$$d_{sph} = C_s \alpha^3$$

- Aberration chromatique

$$d_{ch} = C_{ch} \left(\frac{\Delta E}{E} + 2 \frac{\Delta I}{I} \right) \alpha$$

- Diffraction

$$d_d = 0.61 \frac{\lambda}{n \sin \alpha}$$

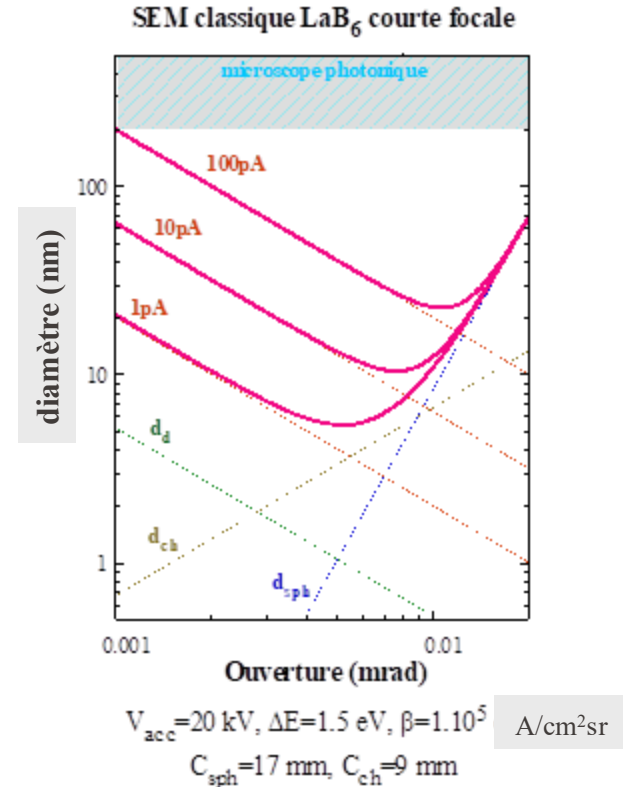
- Conservation de la brillance

$$d_g = \sqrt{\frac{4I}{\pi^2 \beta}} \frac{1}{\alpha}$$

- Combinaison

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

Les ouvertures α 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

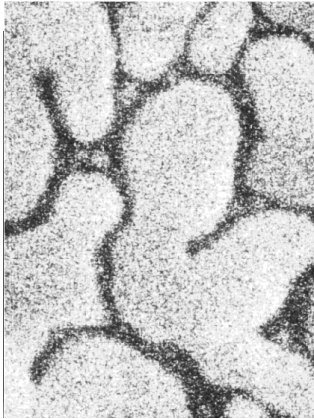
- Augmenter le temps t d'exposition

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

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

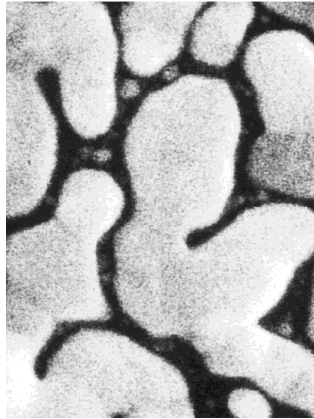
- Réduire la tension d'accélération
- Augmenter la tension d'accélération
- Diaphragmes, spotsize
- Focaliser l'objectif
- Lentilles à courtes focales:
- in-lens, semi in-lens, Snorkel
- Canons à émission de champ:
- émission à froid, assistée thermiquement, effet Schottky
- Colonnes sous tension: Gemini,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

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



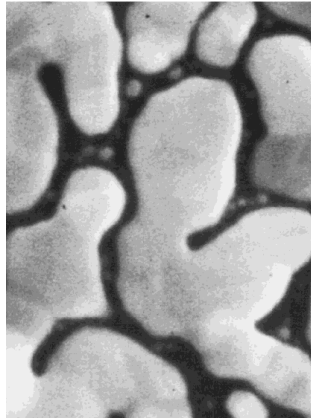
10 pA/10 s

bonne résolution,
mais fort bruit
statistique



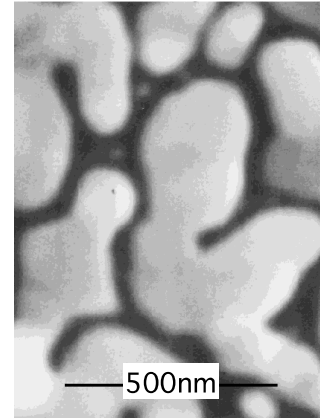
10 pA/160 s

bonne résolution,
moins de bruit
statistique



100 pA/160 s

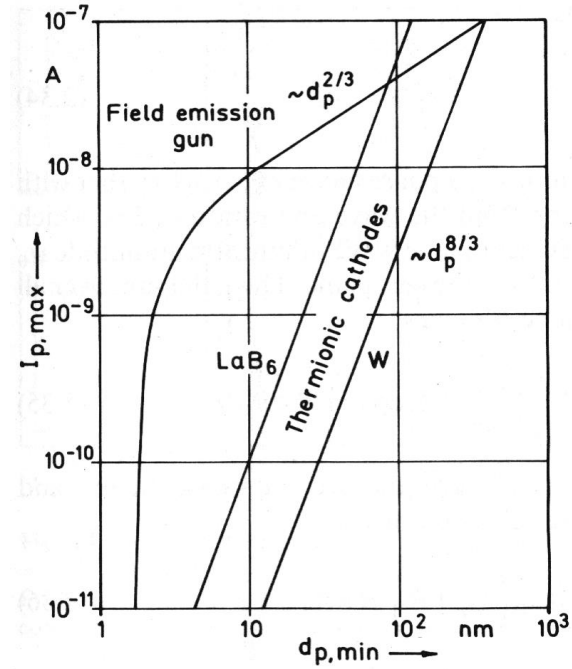
légère perte de
résolution, encore
moins de bruit
statistique



1 nA/160 s

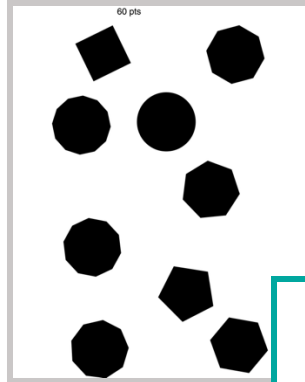
très peu de bruit
statistique, mais
forte perte de
résolution

- Relation courant/diamètre sonde

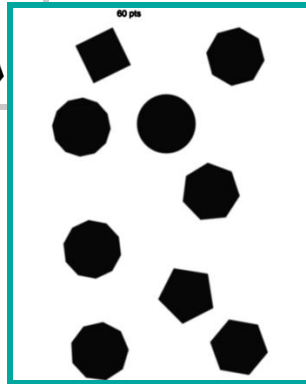


Tiré de L.Reimer, SEM

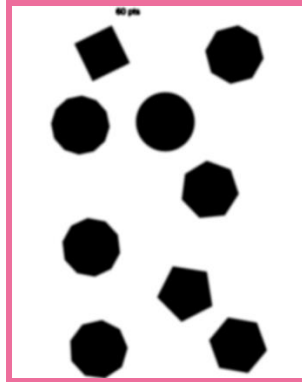
- Taille de sonde et résolution (sans bruit)



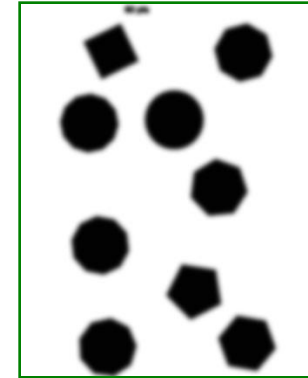
Modèle: particules de
100 nm de diamètre



particules 100 nm diam.,
sonde 2 nm diam.



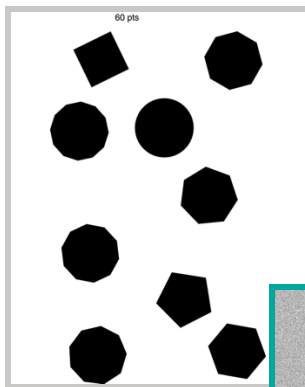
particules 50 nm diam.,
sonde 2 nm diam.



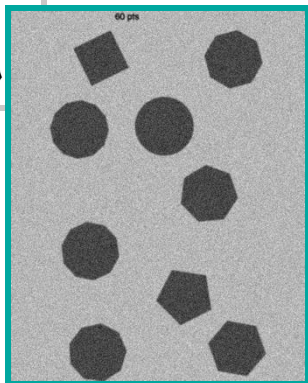
particules 25 nm diam.,
sonde 2 nm diam.

SEM: résolution

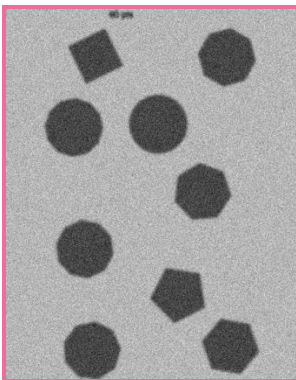
- Taille de sonde et résolution (avec bruit)



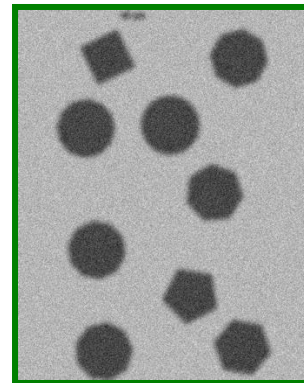
Modèle: particules de
100 nm de diamètre



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

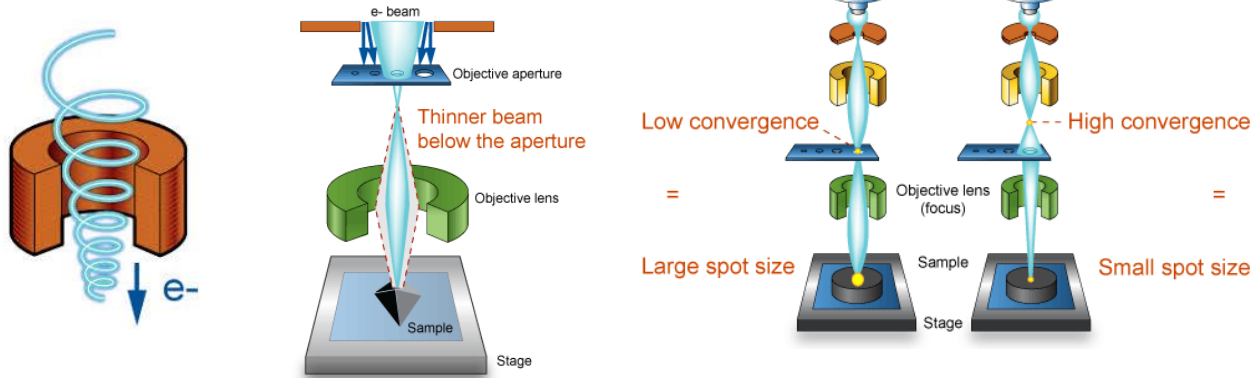
$$d_g \propto \sqrt{I}$$

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

- 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:

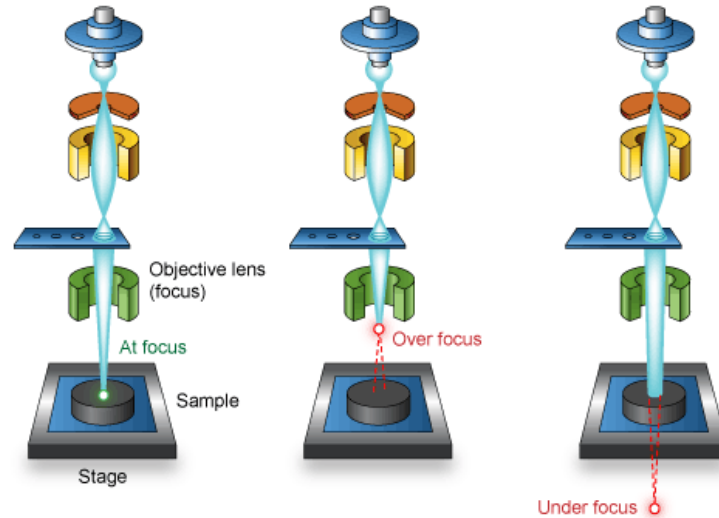
- diaphragme
- spotsize (lentille C1)
- tension d'accélération



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

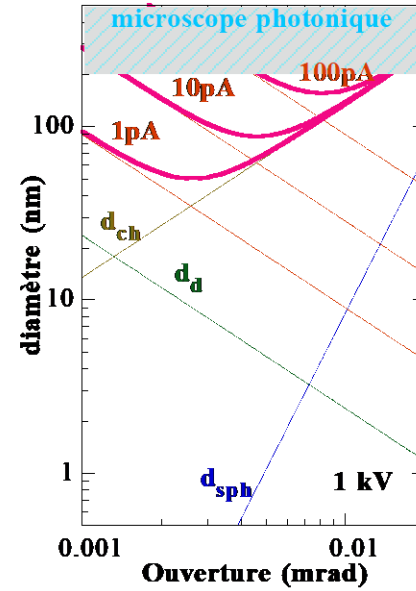
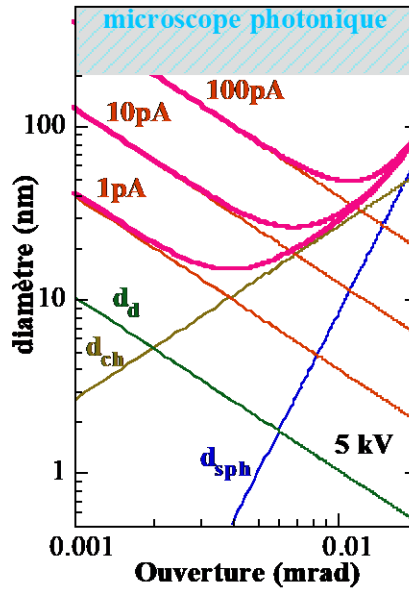
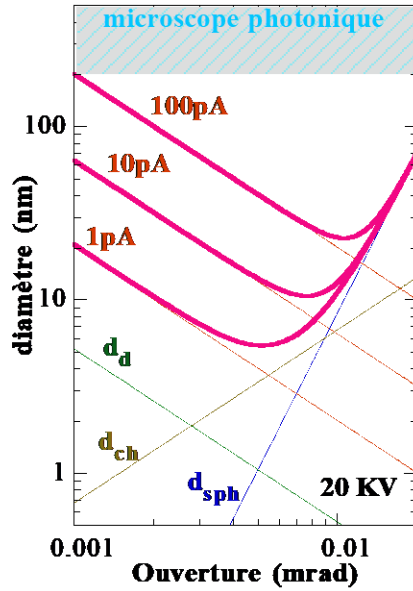
SEM: sonde électronique

- 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

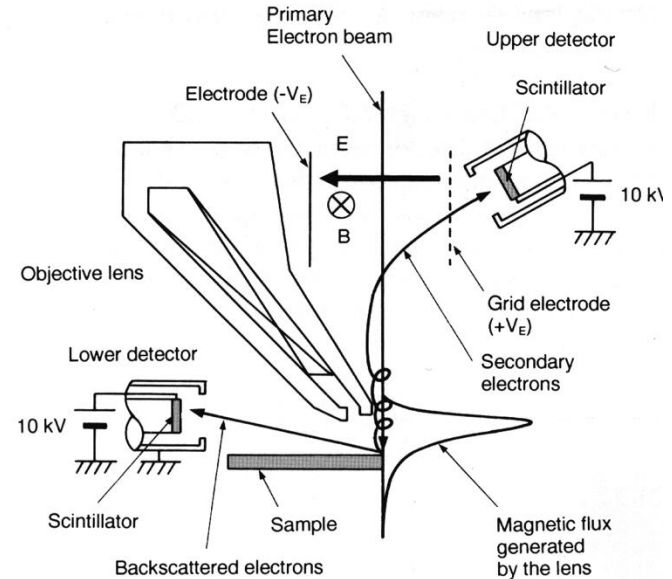
$$d_g \propto \sqrt{I}$$

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

- 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



Cliché Hitachi-News

■ 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

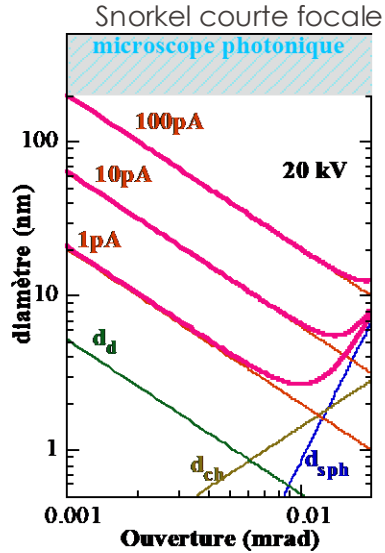
$$d_g \propto \sqrt{I}$$

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

- 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, ...

- Effet du canon

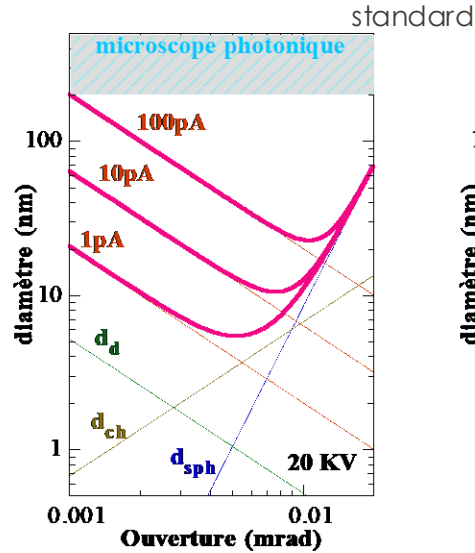
très courtes focales... ou...



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

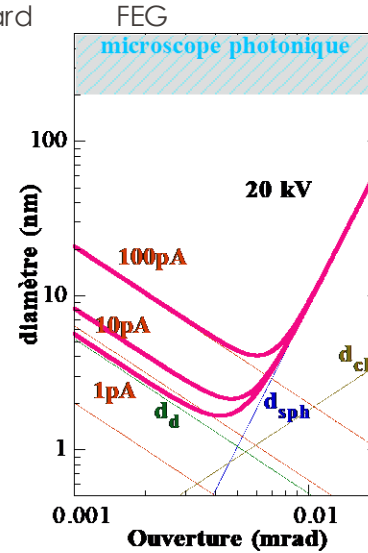
$$\beta = 1.10^5 \text{ A/cm}^2\text{sr}, \Delta E = 1.5 \text{ eV}$$

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

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

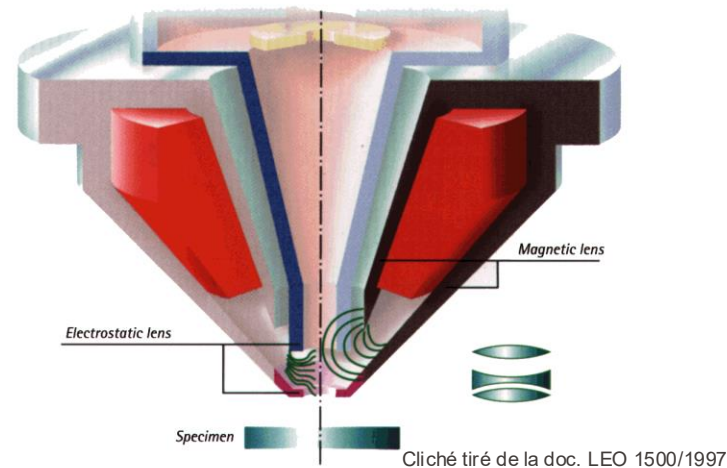
$$d_g \propto 1/\sqrt{t}$$

- 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

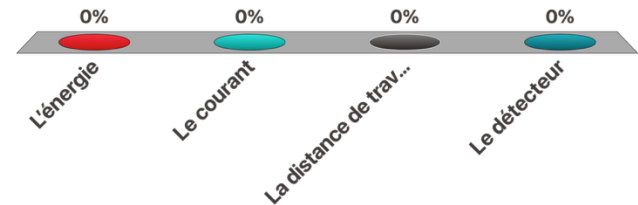
- L'objectif (magnétique) et les électrodes de ralentissement forment l'équivalent d'un triplet convergent/divergent/convergent
- Les aberrations de l'objectif sont fortement réduites à basse tension d'accélération
- La distance de travail est supérieure à celle d'une lentille Snorkel (à performances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



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

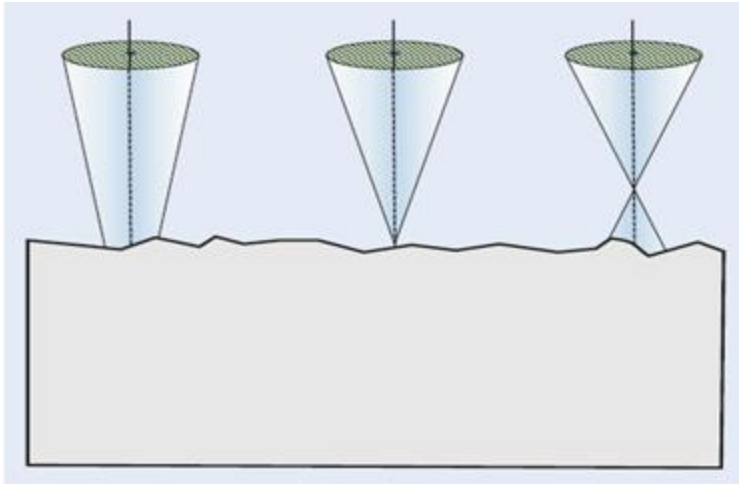
Quel paramètre a un impact sur la taille de sonde?

- A. L'énergie
- B. Le courant
- C. La distance de travail
- D. Le détecteur

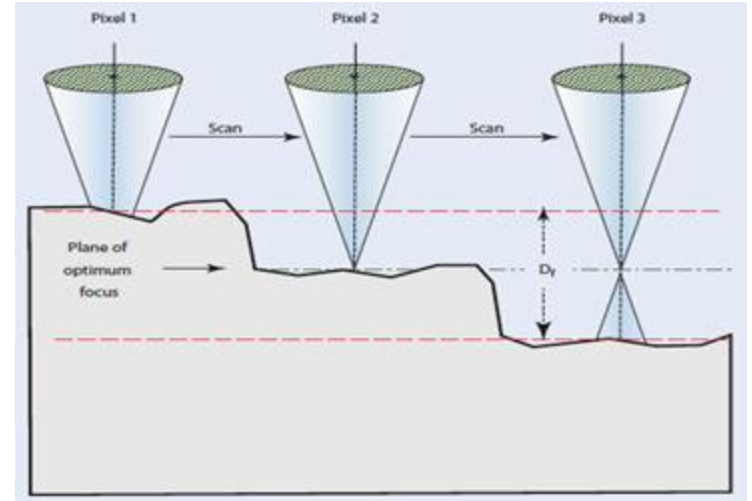


SEM: profondeur de champ

Under focus In focus Over focus



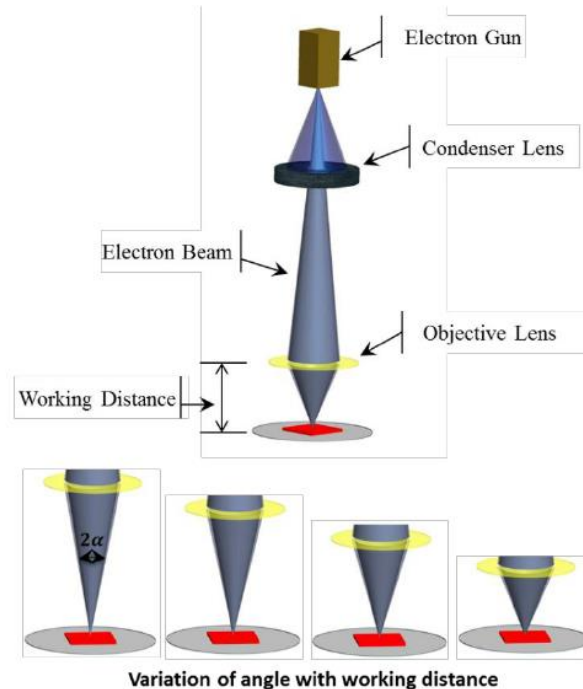
Best resolution when probe is focused on the sample



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

- Profondeur de champ en fonction de d_{sonde}

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



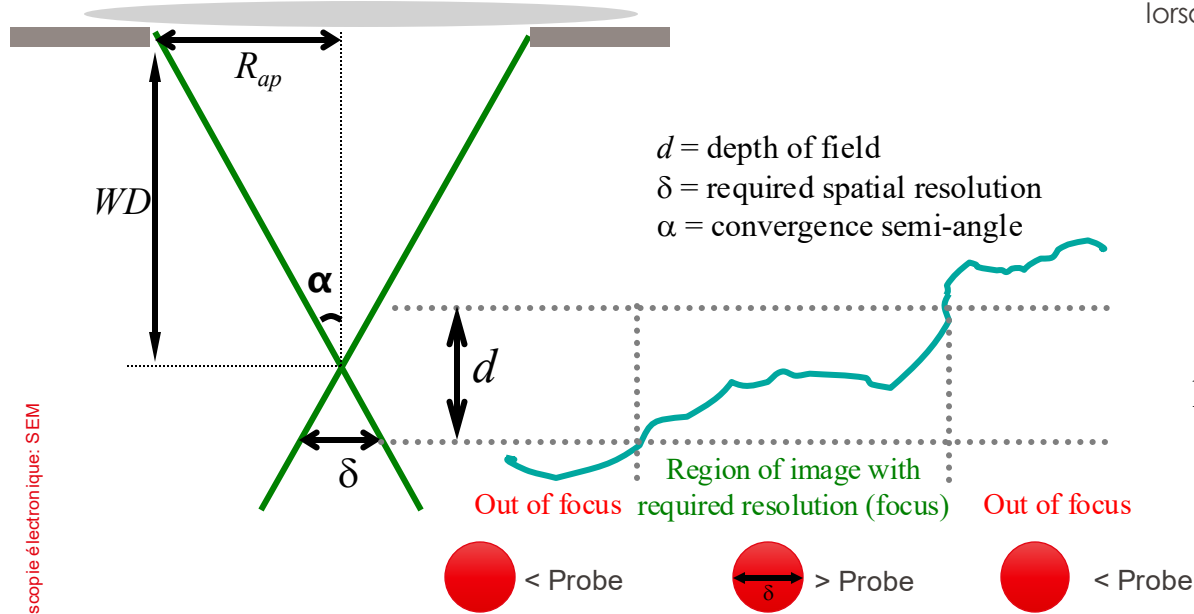
La profondeur de champ augmente lorsque α diminue

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

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

SEM: profondeur de champ

- Profondeur de champ en fonction de d_{sonde}



La profondeur de champ augmente lorsque α diminue

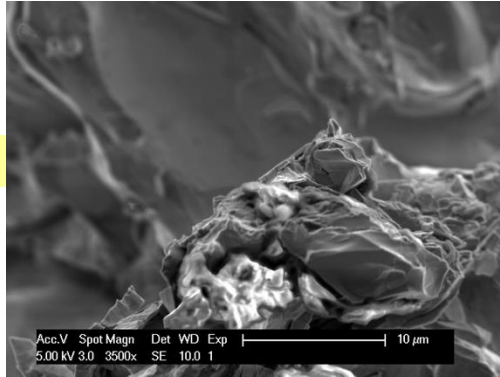
- Augmenter la distance de travail
- Réduire le diaphragme de l'objectif

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

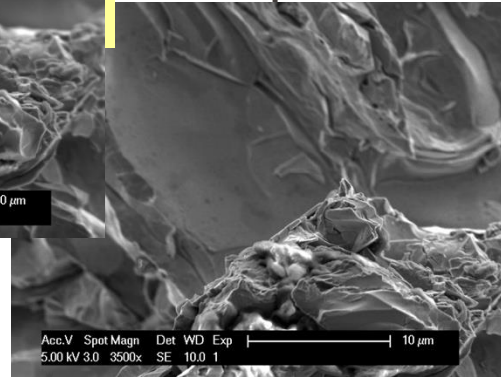
SEM: profondeur de champ

- Influence du diaphragme objectif

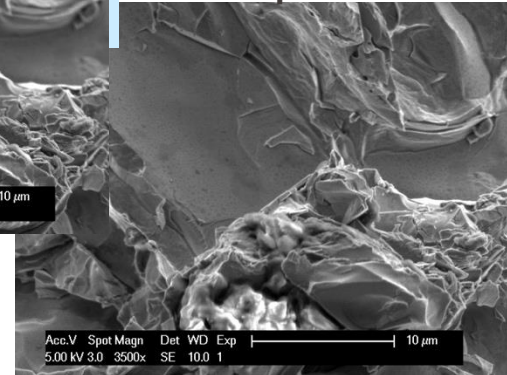
100 μm



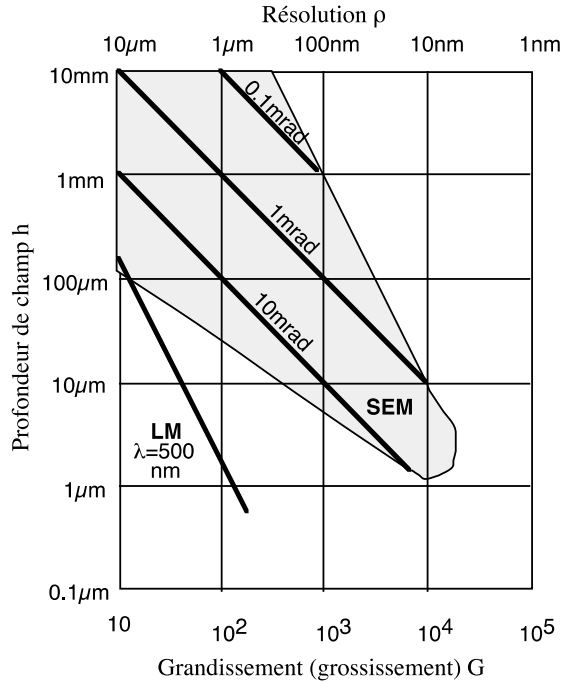
50 μm



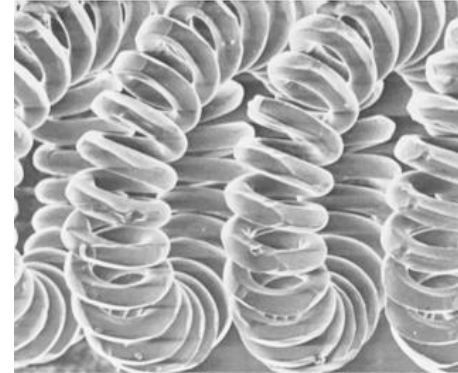
30 μm



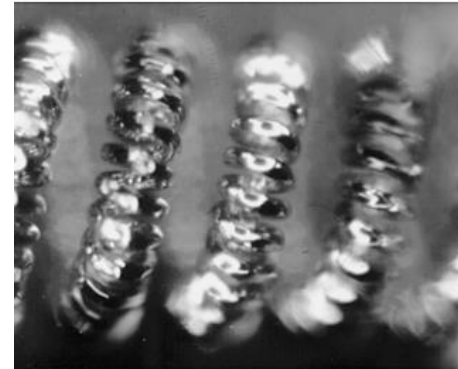
SEM: profondeur de champ



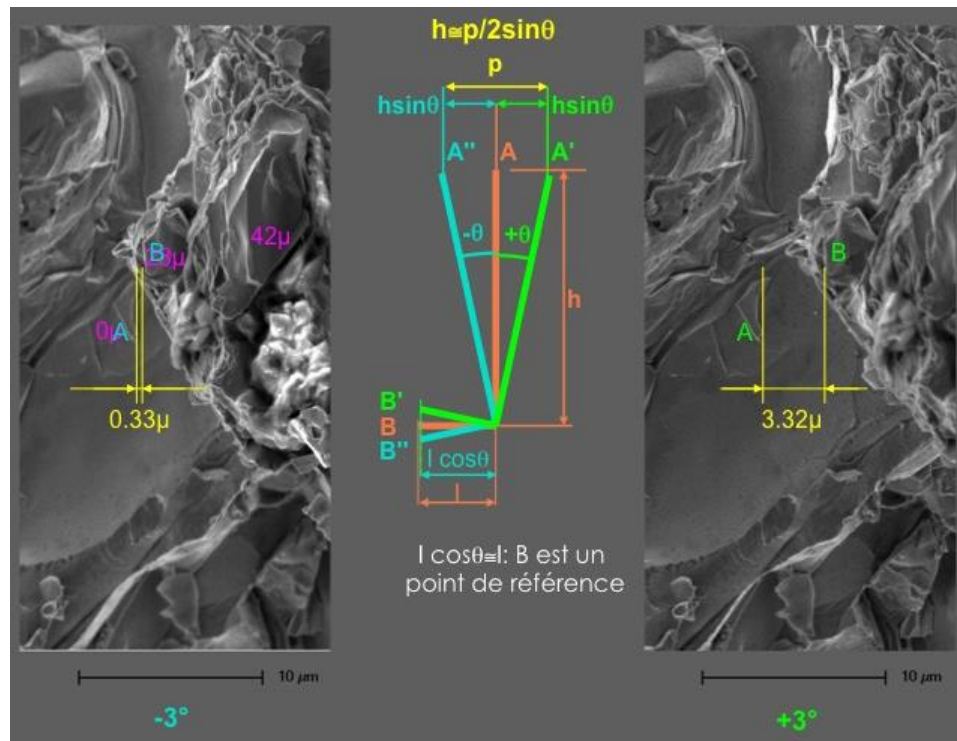
filament de lampe "spot"



↑ SEM ≈ 1mm LM ↓

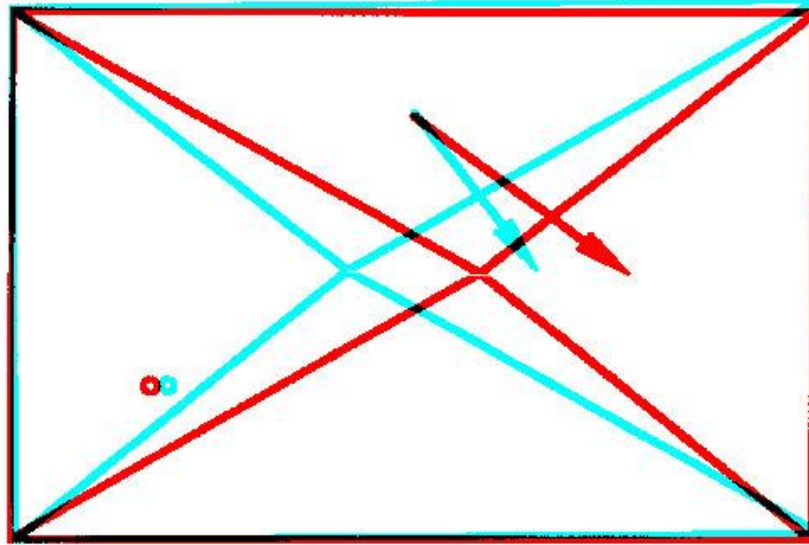


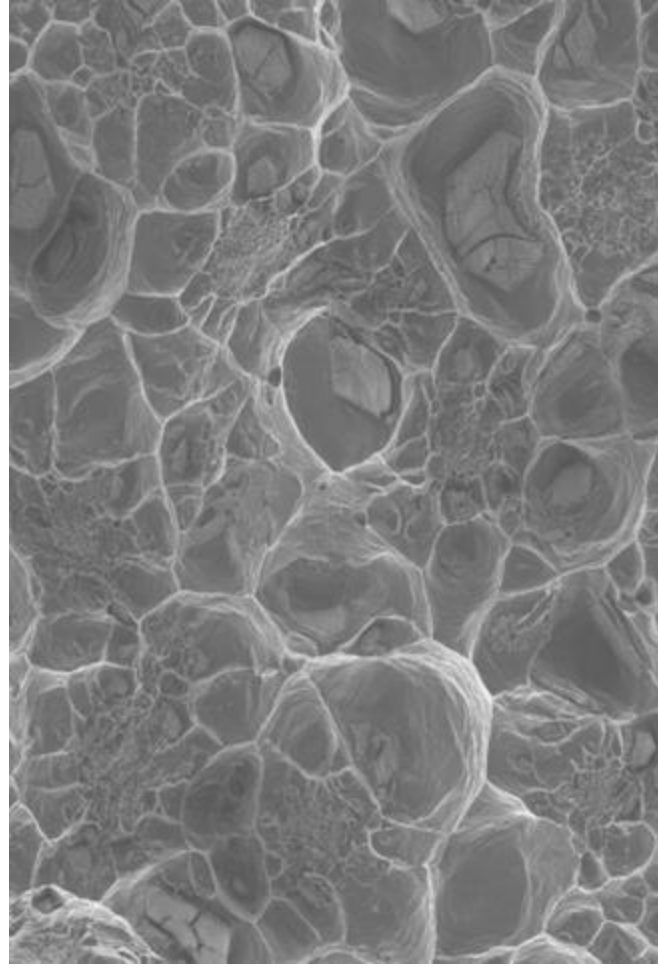
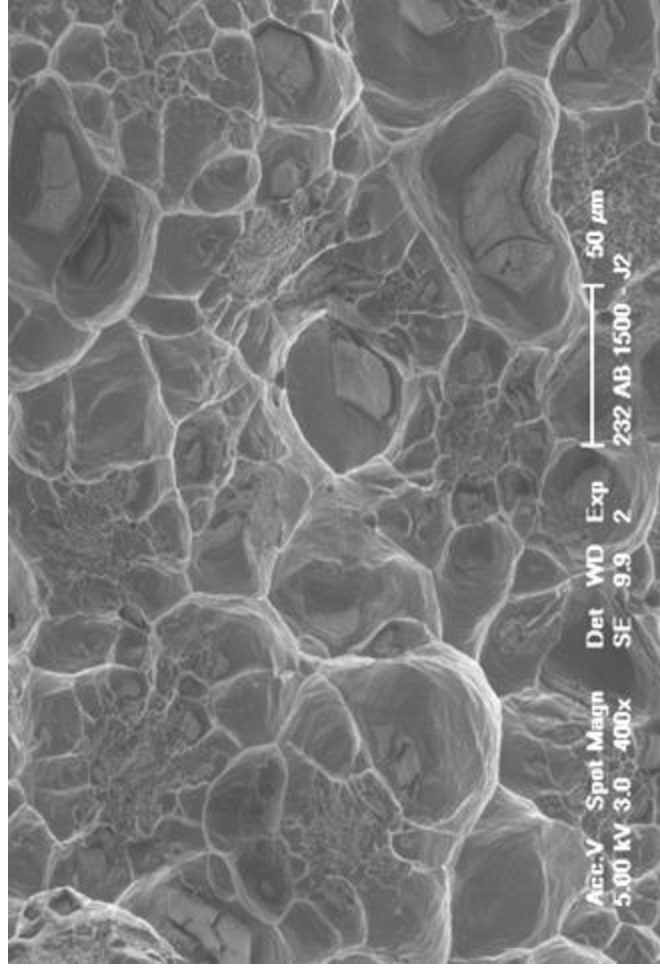
- Mesure de profondeur: vision 3D



SEM: stéréoscopie

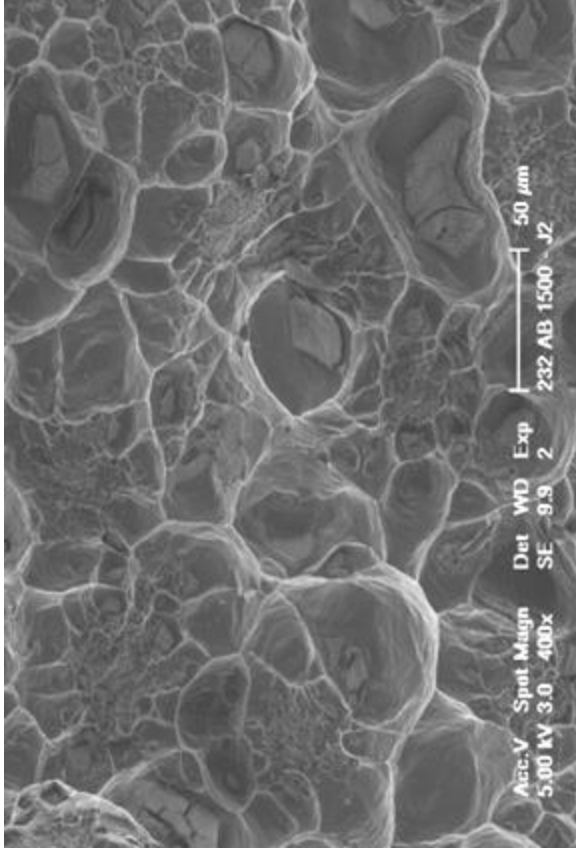
- 3^{ème} dimension: vision stéréoscopique, anaglyphs



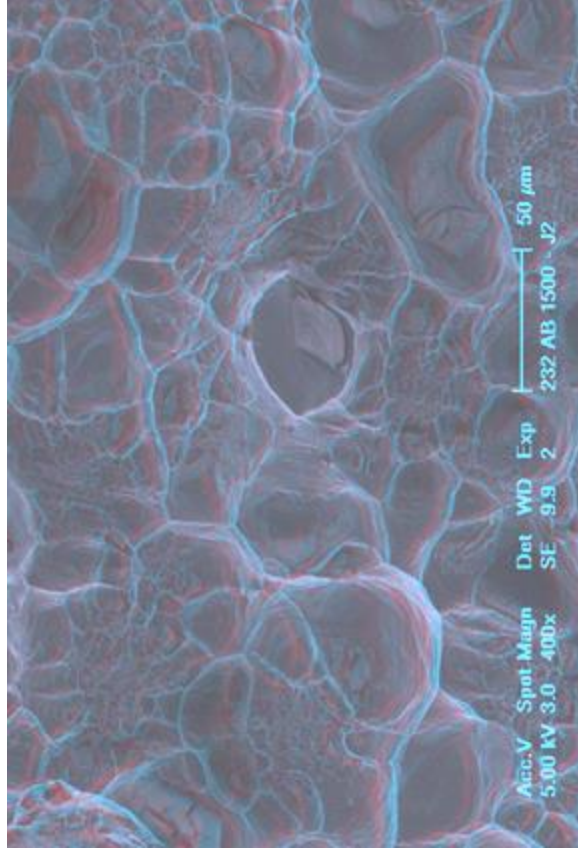


SEM: stéréoscopie

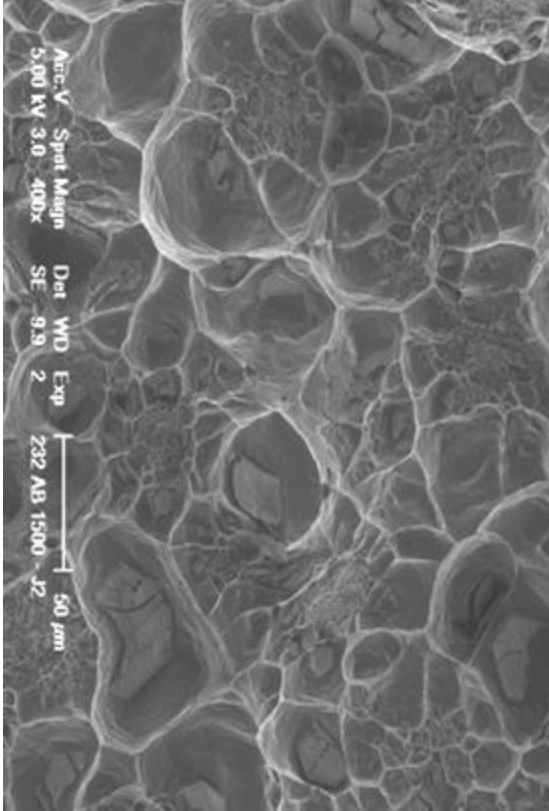
■ Microscopie électronique: SEM



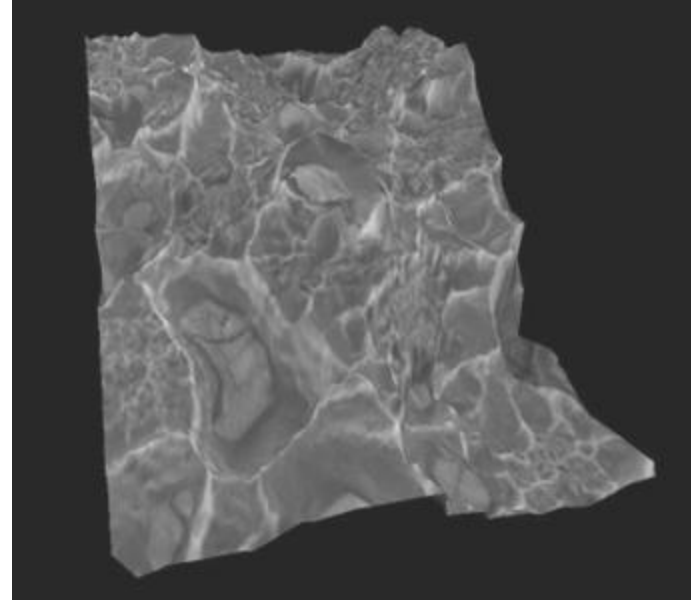
reconstruction 3-D (anaglyph)



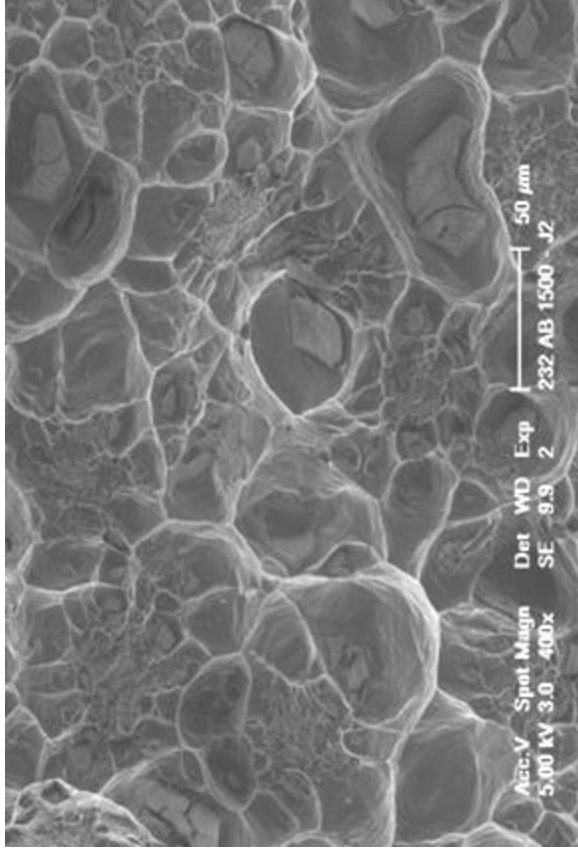
SEM: stéréoscopie



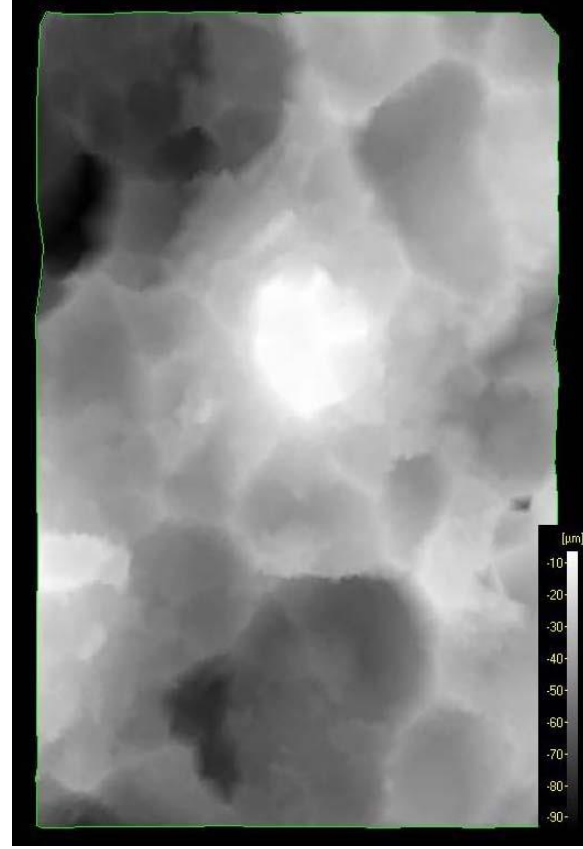
Reconstruction 3-D
(pseudo-perspective)



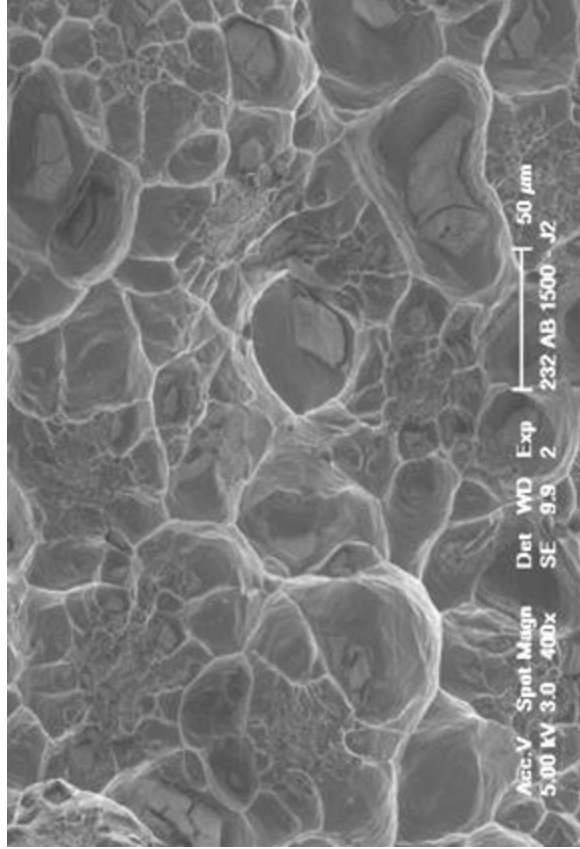
SEM: stéréoscopie



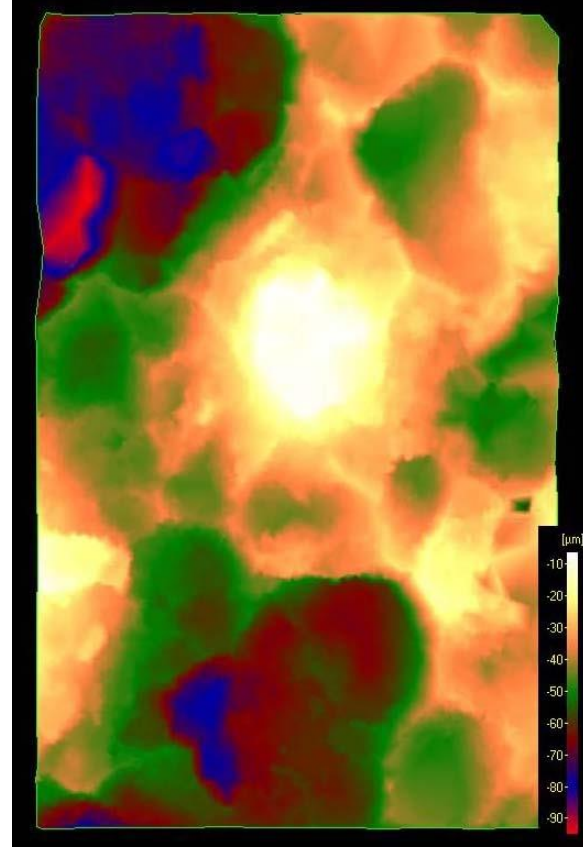
Reconstruction 3-D (grey levels)



SEM: stéréoscopie



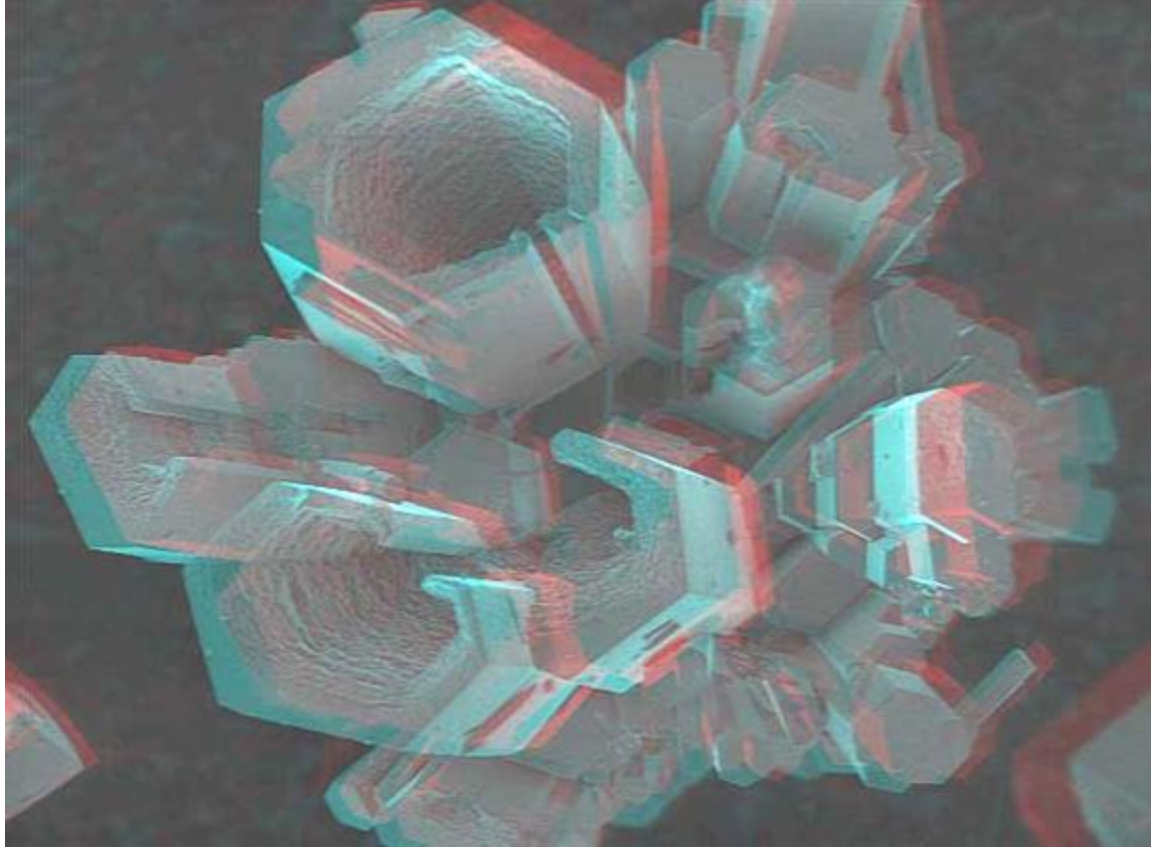
Reconstruction 3-D (false colors)



SEM: stéréoscopie

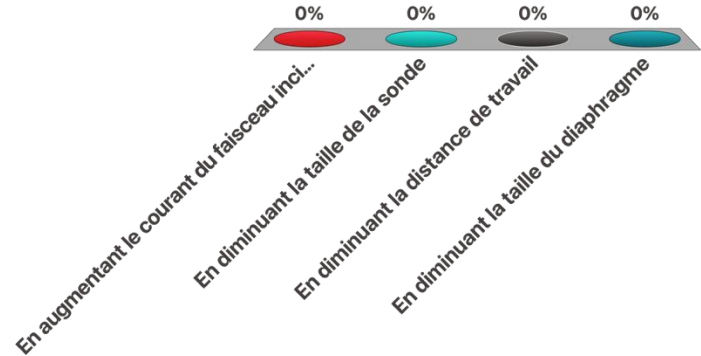


SEM: stéréoscopie

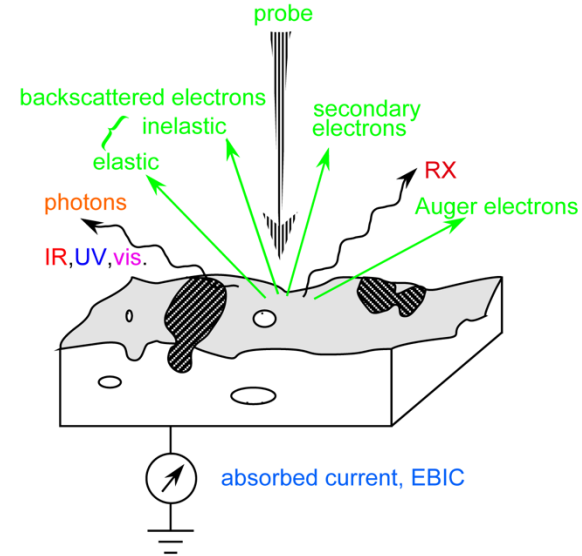


Comment diminuer la profondeur de champ en SEM?

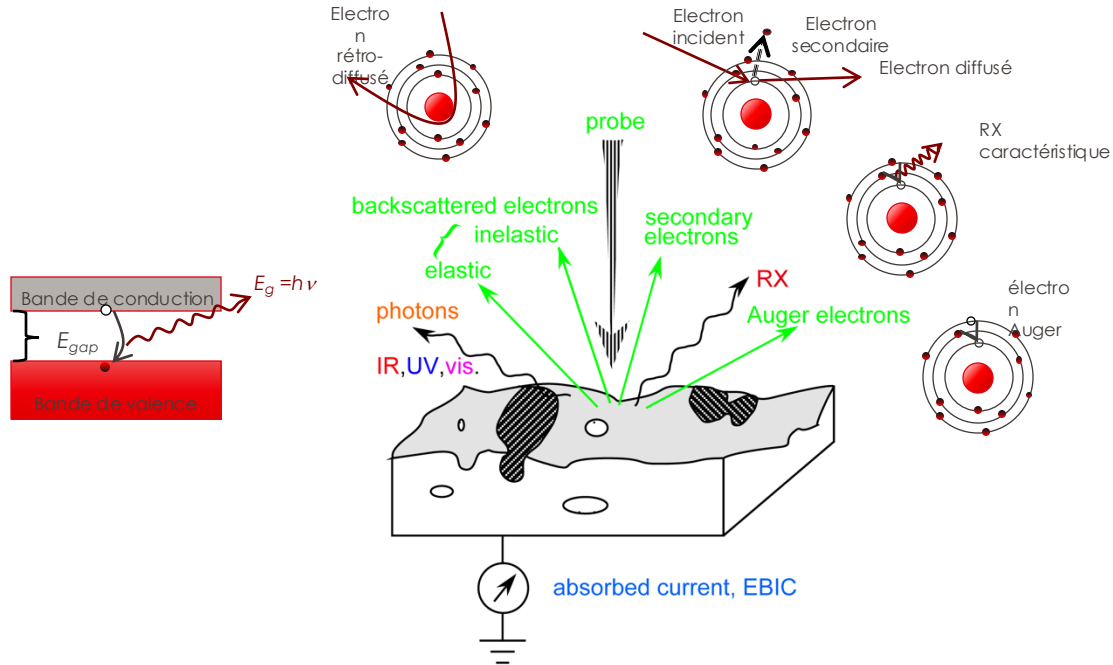
- A. En augmentant le courant du faisceau incident
- B. En diminuant la taille de la sonde
- C. En diminuant la distance de travail
- D. En diminuant la taille du diaphragme



- 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:

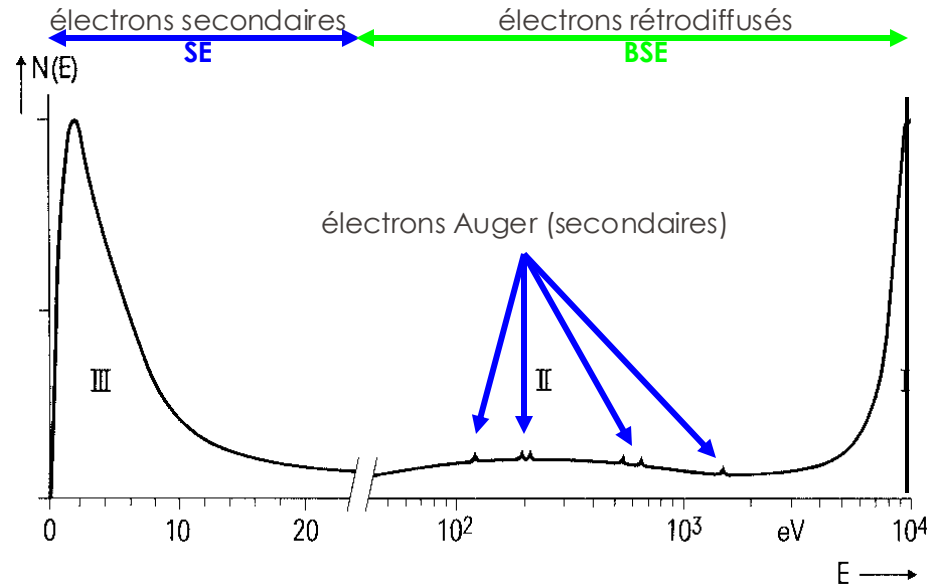
Libre parcours moyen élastique λ_{el} , inélastique λ_{in} , total λ_t

$$\lambda = \frac{1}{Q_T} = \frac{A}{N_0 \sigma_T \rho}$$

$$\frac{1}{\lambda_t} = \frac{1}{\lambda_{el}} + \frac{1}{\lambda_{in}}$$

E [keV]		1	5	10	20	30	50	
C $Z = 6$ $\rho = 2 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 3$	σ_{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	μm
Al $Z = 13$ $\rho = 2.7 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 1.5$	σ_{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	μm
Cu $Z = 29$ $\rho = 8.9 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.6$	σ_{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	μm
Ag $Z = 47$ $\rho = 10.5 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.4$	σ_{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	μm
Au $Z = 79$ $\rho = 19.3 \text{ g cm}^{-3}$ $v \simeq 0.2$	σ_{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	μm

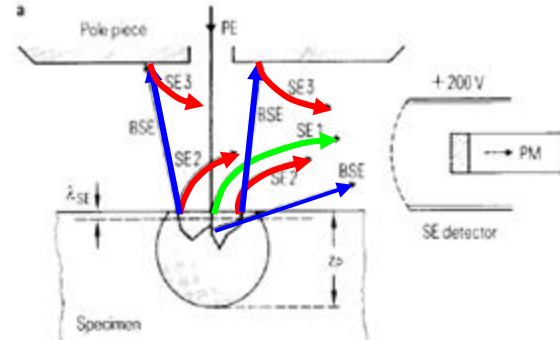
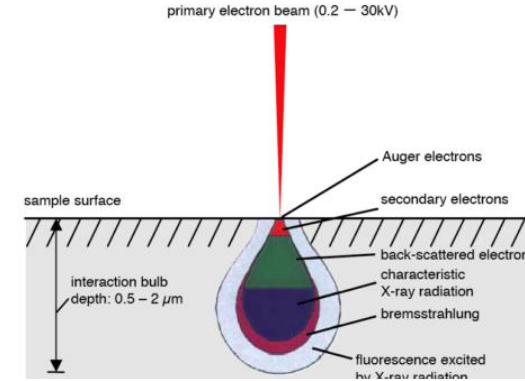
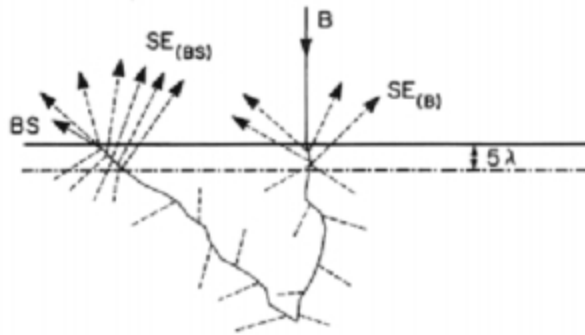
- Spectre d'énergie des électrons sortants



- 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



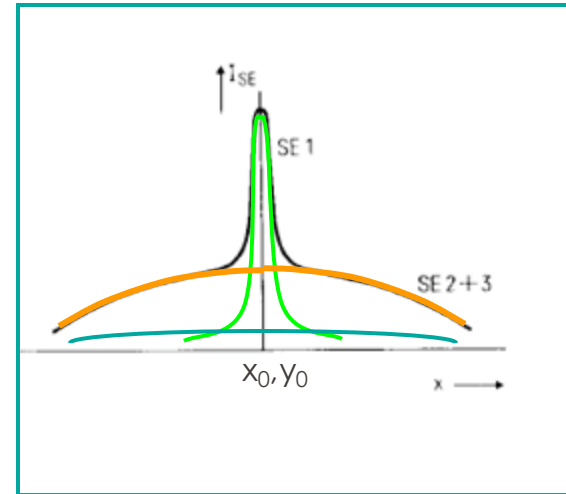
(from L. Reimer, Scanning Electron Microscopy)

- Délocalisation de l'information

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

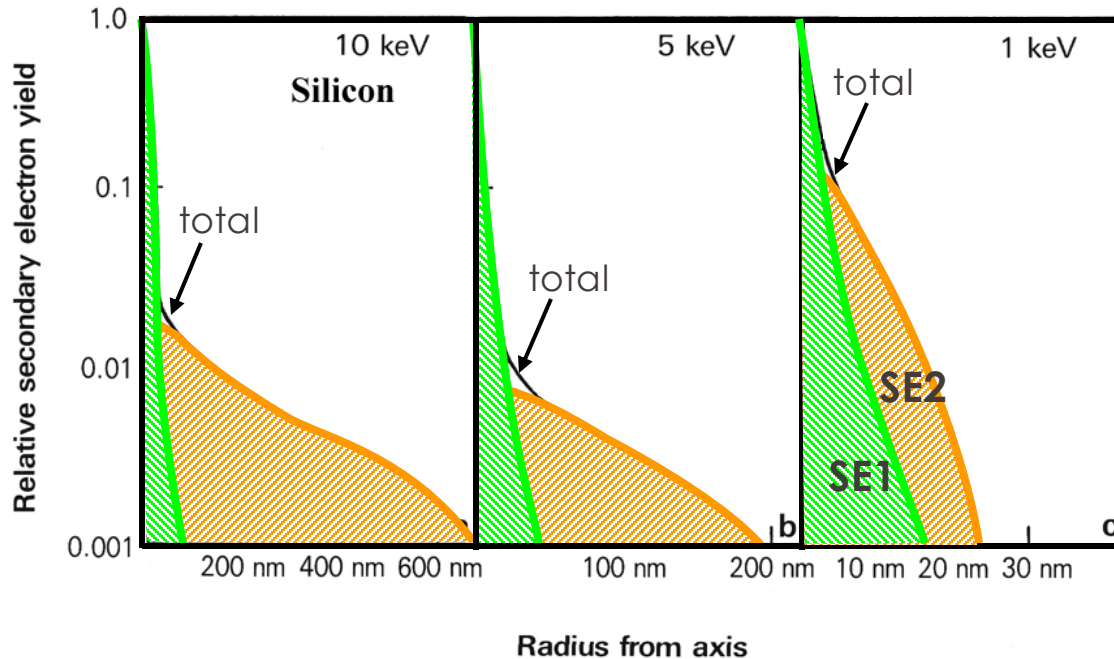
Bien que ce signal soit localisé proche de la sonde, son intensité n'est attribuée qu'au pixel correspondant à la position réelle de la sonde.

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!

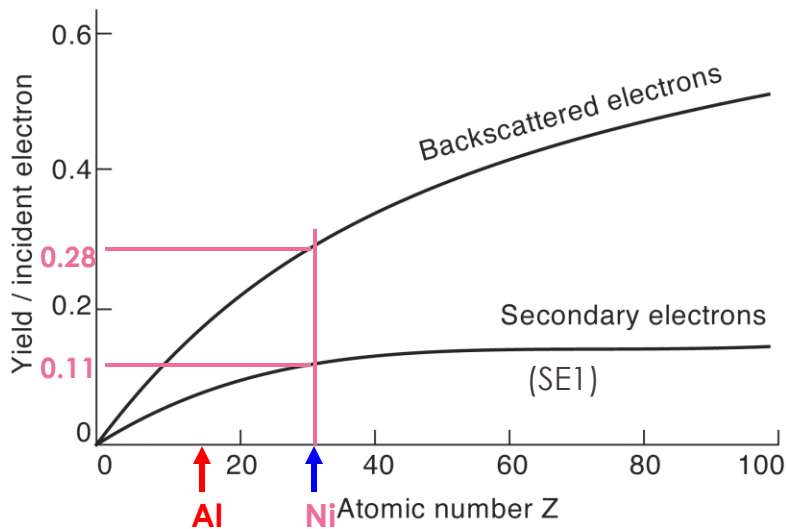


intensity and delocalisation of SE stemming from the probe at x_0, y_0 (leading to the X_0, Y_0 pixel intensity on the image)

- 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:

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

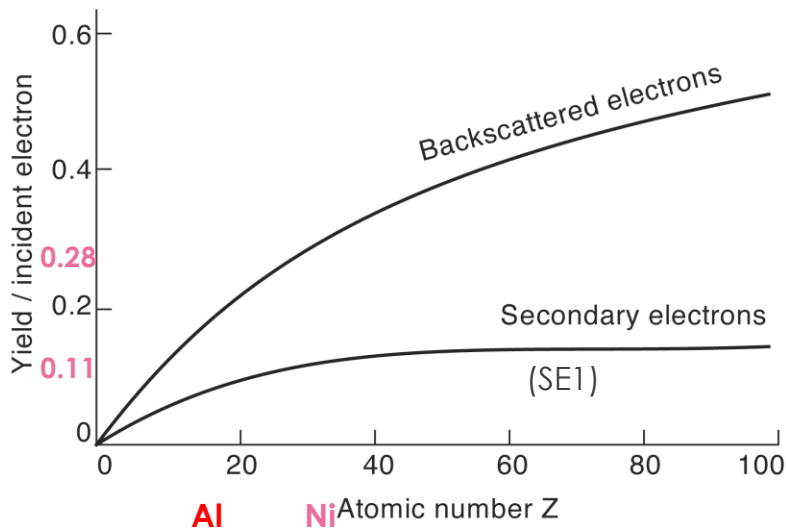
avec $0 \leq C \leq 1$

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

avec I_0 l'intensité du faisceau incident, η 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

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

avec δ le rendement total de SE, δ_1 le rendement de SE1 et δ_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

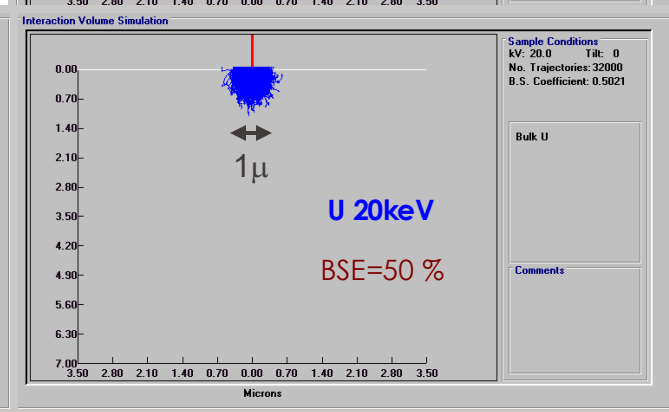
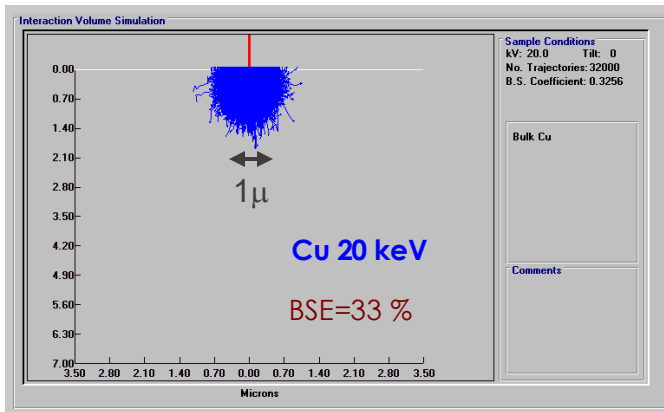
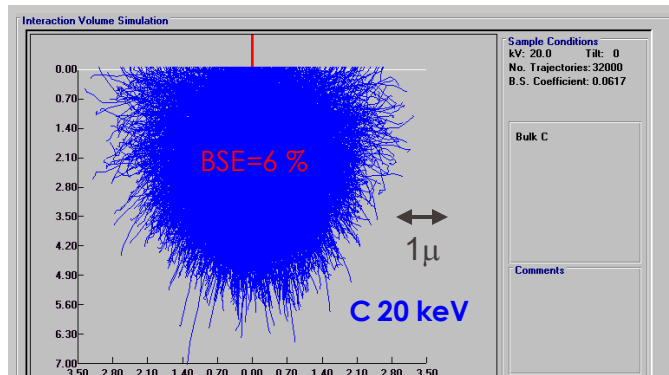
- **Electron Flight Simulator** (\$\$\$?)
 - vieux... proposé maintenant par JEOL
 - <https://www.jeolusa.com/RESOURCES/Electron-Optics/Documents-Downloads/electron-flight-simulator-efs>

- **CASINO** (Freeware)
 - " monte Carlo Simulation of electron trajectory in solids "
 - by P. Hovongton and D. Drouin
 - <https://casino.espaceweb.usherbrooke.ca>

- 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

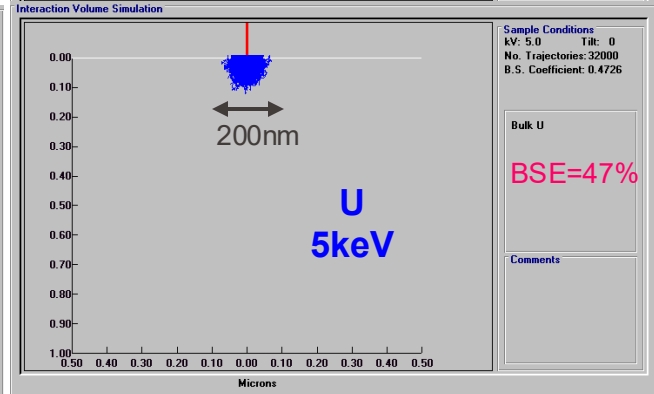
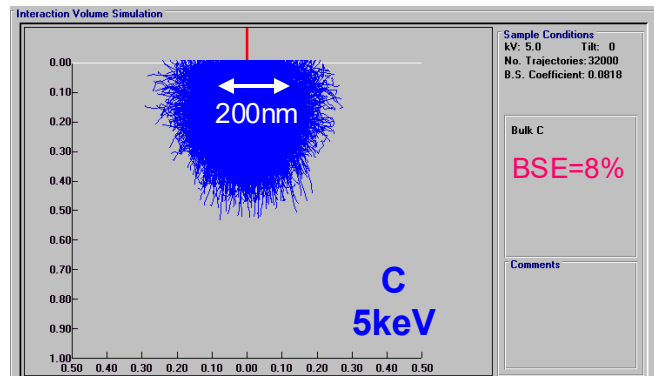
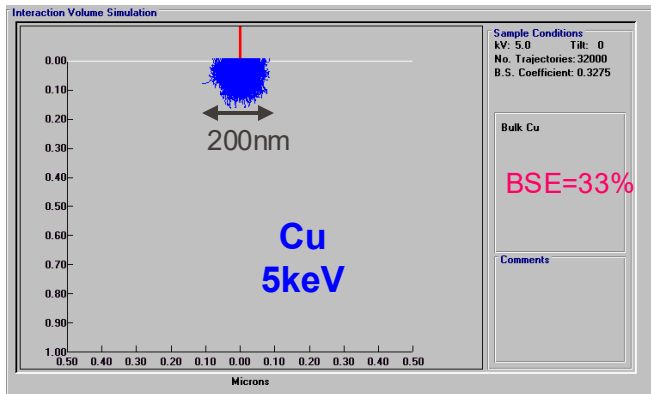


SEM: volume d'interaction

- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

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

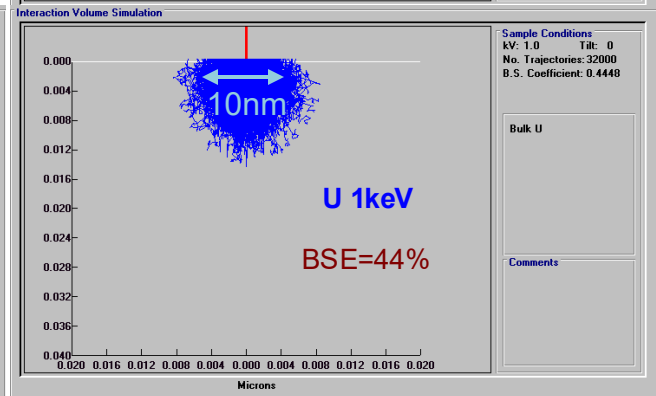
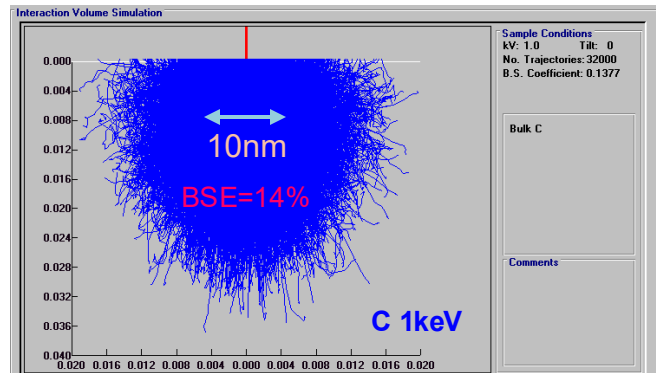
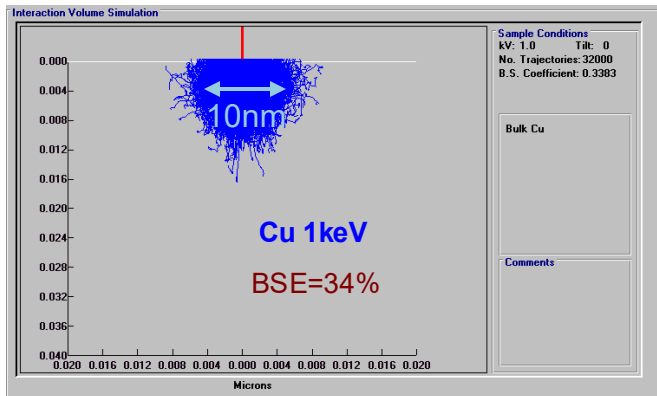
Profondeur de pénétration en fonction de Z et proportion d'électrons rétrodiffusés par simulation Monte-Carlo



- Profondeur de pénétration et taux de rétrodiffusion

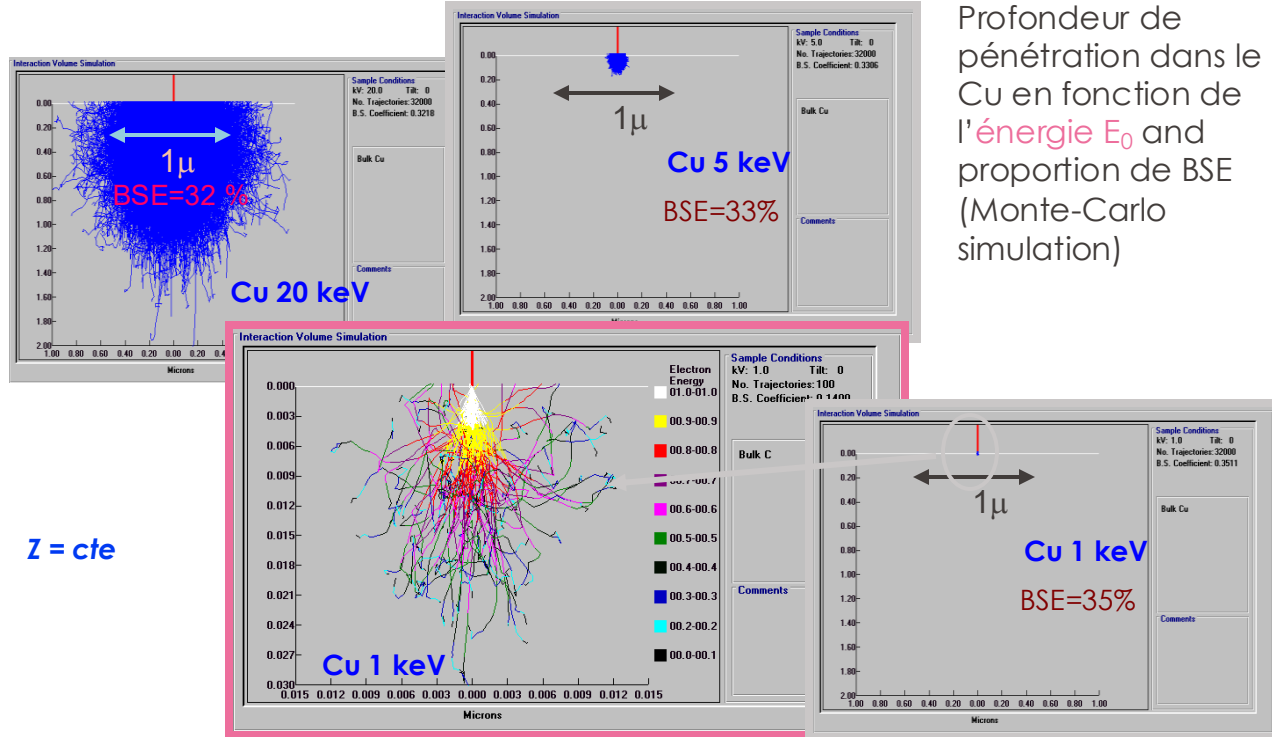
$$V_{acc} = 1 \text{ kV} = \text{cte}$$

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

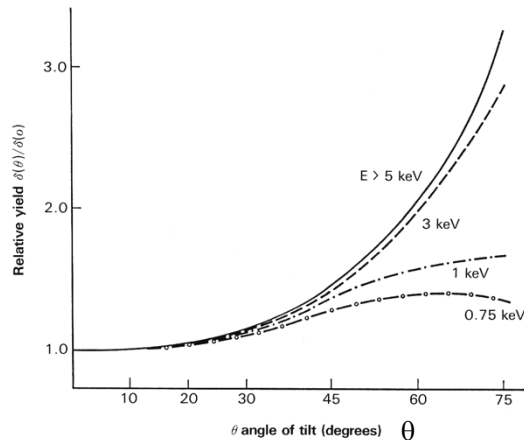
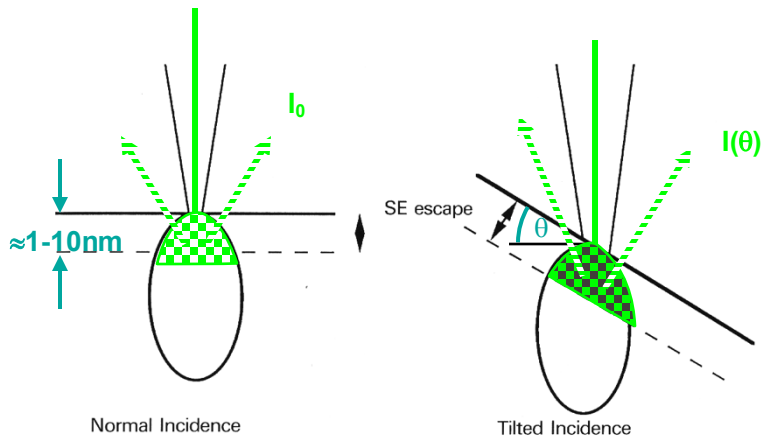


Profondeur de pénétration dans le Cu en fonction de l'énergie E_0 and proportion de BSE (Monte-Carlo simulation)

$Z = cte$

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

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

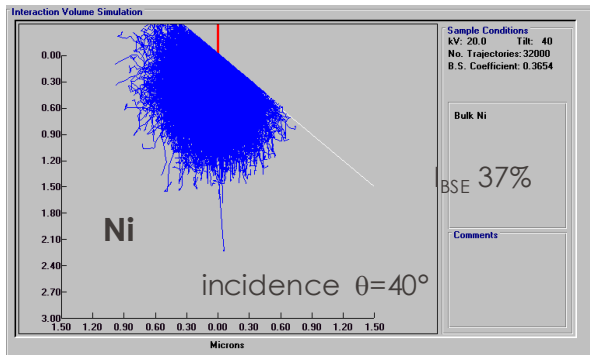
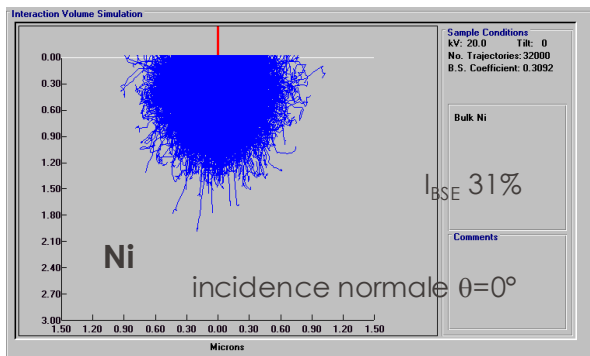


$$I(\theta) = I_0 \delta(\theta) \cong \frac{I(0)}{\cos \theta}$$

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

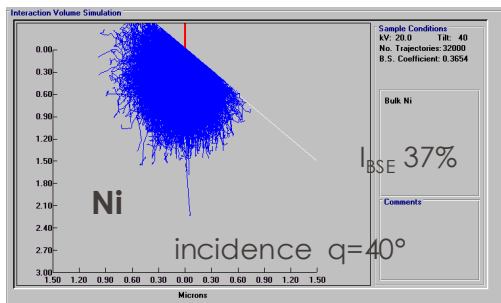
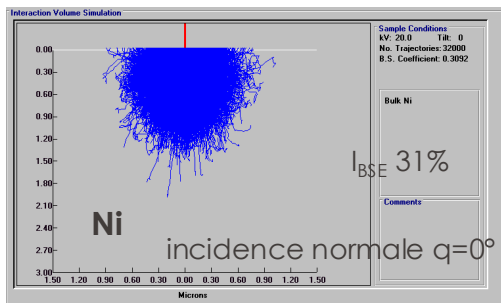
Pour une position (x,y) de la sonde:

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

$$I_{SE}(0^\circ) = I_0 \delta = I_0 \square 10\%$$

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

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

Contraste BSE

$$I_{BSE}(0^\circ) = I_0 \eta = I_0 \square 31\%$$

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

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

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



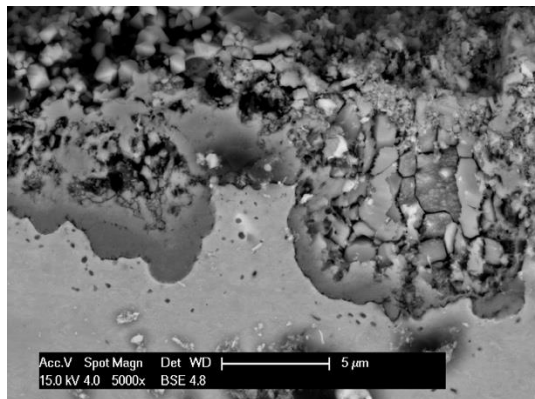
Qu'est-ce que cela suggère?
Quelle information objective?



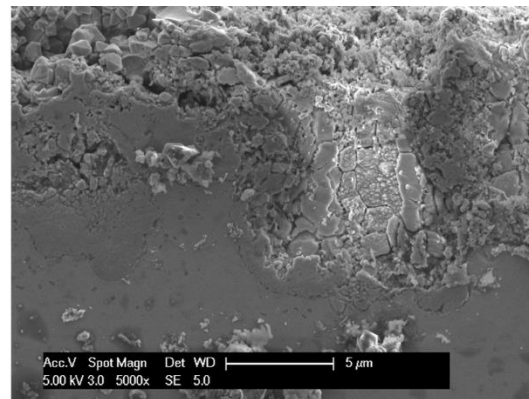
Qu'est-ce que cela suggère?
Quelle information objective?

- Comparaison SE et BSE
Contraste en Z

Contraste topographique



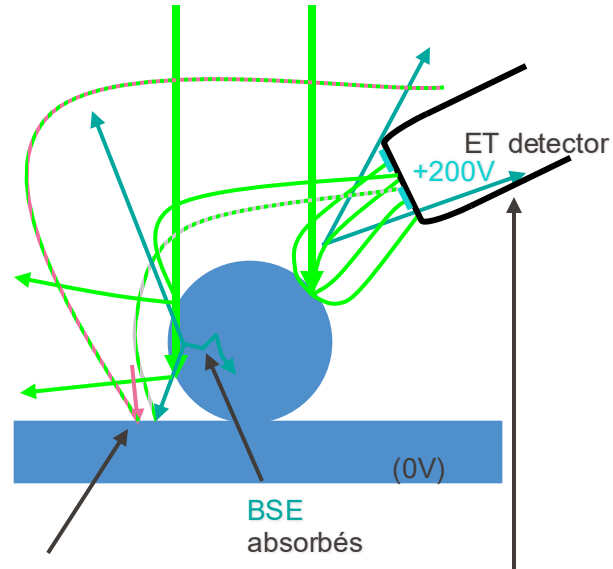
Détecteur d'électrons rétrodiffusés



Détecteur d'électrons secondaires

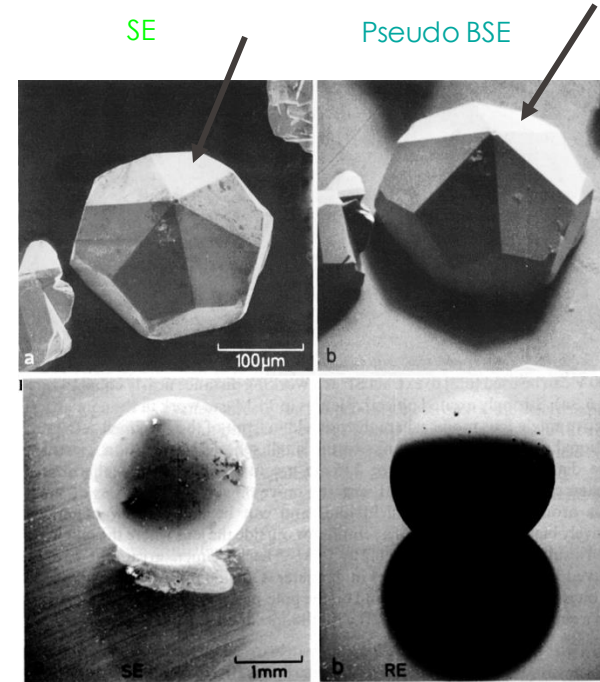
Interconnects en aciers utilisés dans des piles à combustible après usage

- Comparaison SE et BSE



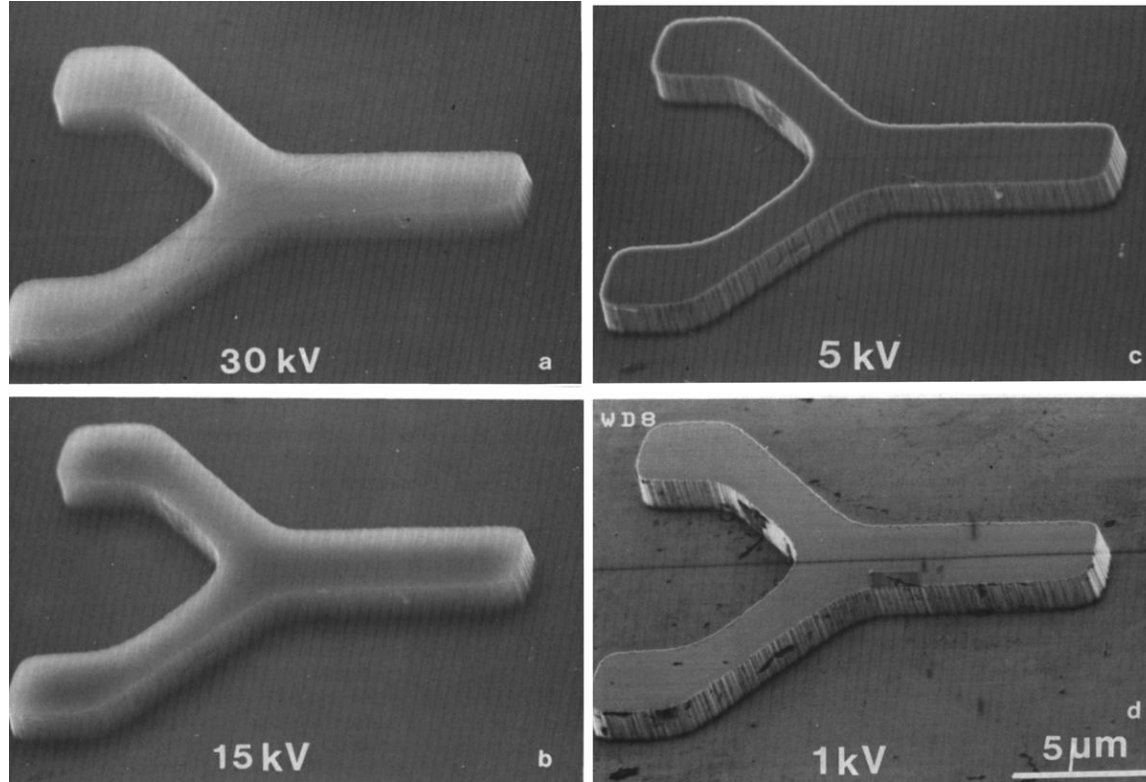
Les e⁻ rétrodiffusés et transmis créent des SE, certains sont attirés dans le détecteur par le champ électrique

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.

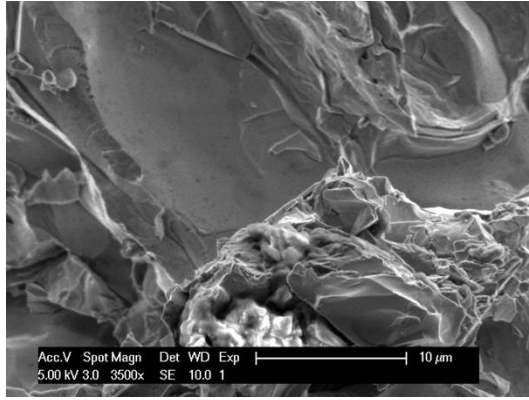
SEM: tension d'accélération



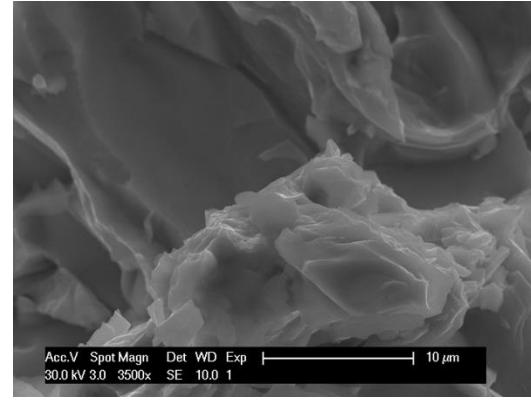
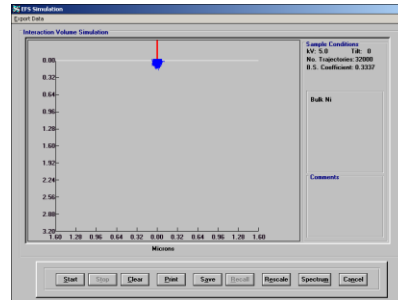
(from L.Reimer, *Image formation in the low-voltage SEM*)

SEM: tension d'accélération

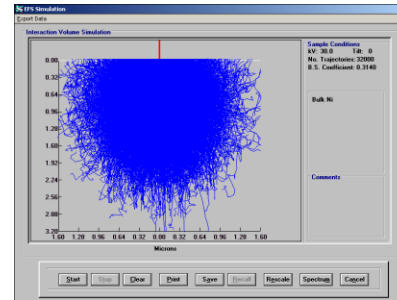
Accentuation du contraste à faible tension: il y a moins de délocalisation des SE2. Exemple: fracture dans un alliage Ni-Cr



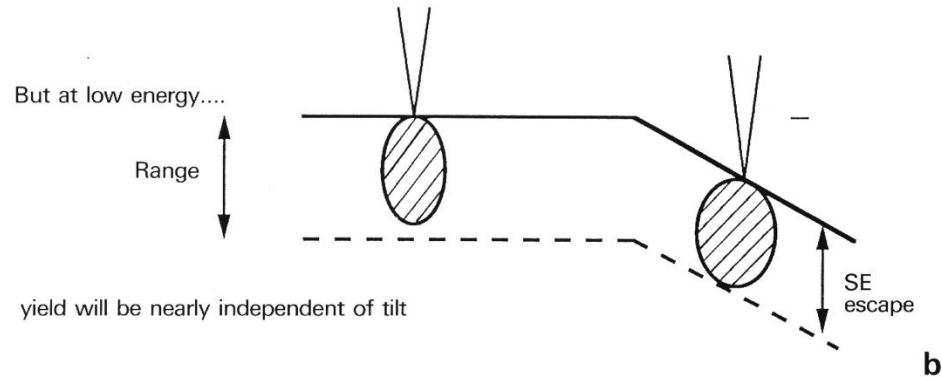
SE, 5 kV



SE, 30 kV



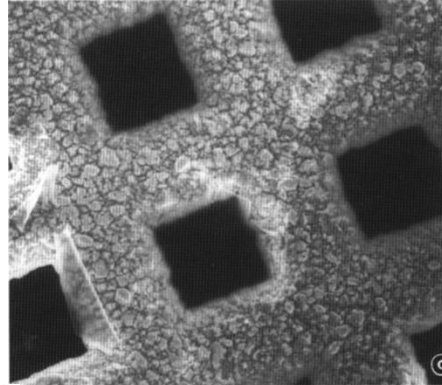
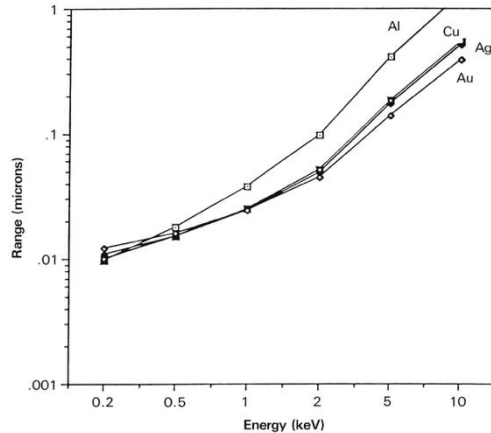
- Contraste topographique à faible énergie
- Effet de l'inclinaison de la surface



(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

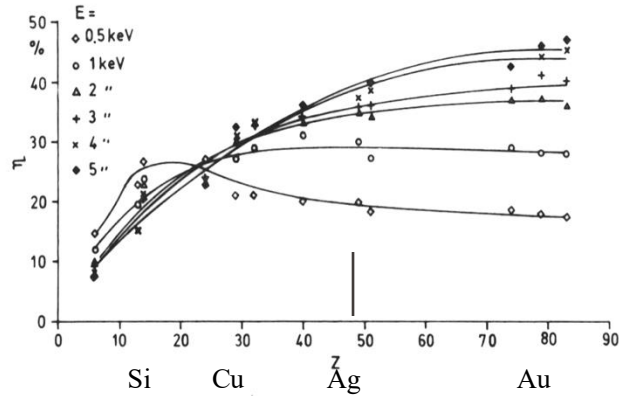
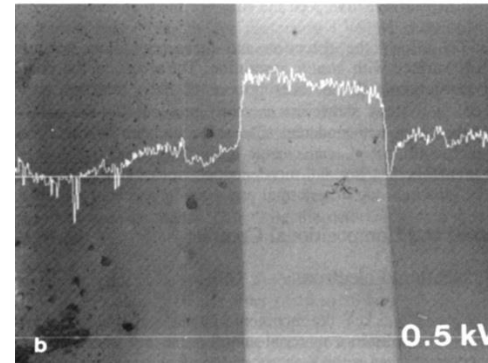
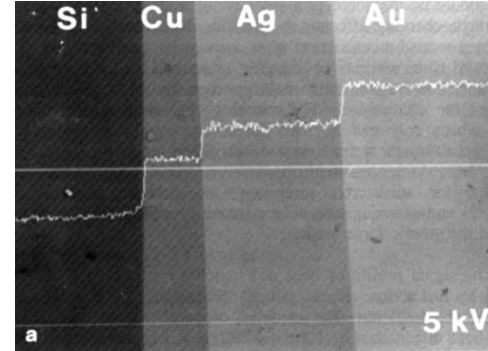


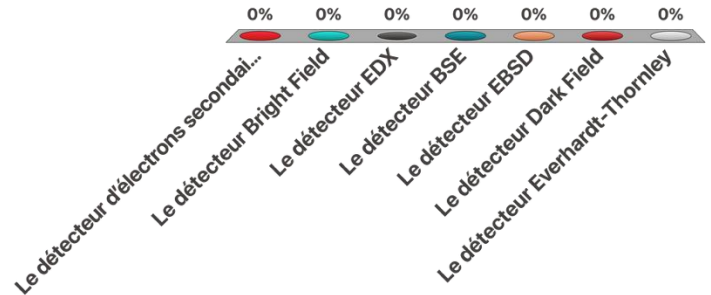
Fig. 4.1. Dependence of the backscattering coefficient η at normal incidence ($\phi=0$) on atomic number Z for different electron energies.



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

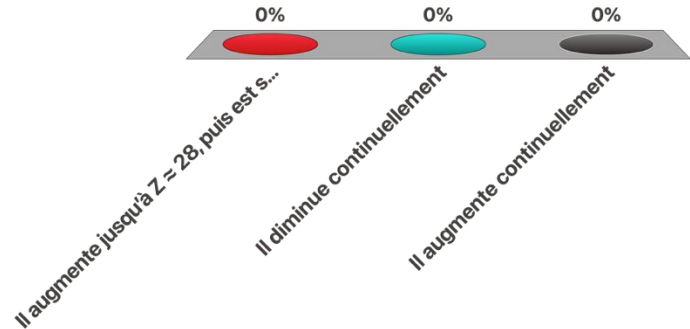
Pour obtenir un bon contraste en Z en SEM, quel détecteur faut-il choisir?

- A. Le détecteur d'électrons secondaires
- B. Le détecteur Bright Field
- C. Le détecteur EDX
- D. Le détecteur BSE
- E. Le détecteur EBSD
- F. Le détecteur Dark Field
- G. Le détecteur Everhardt-Thornley



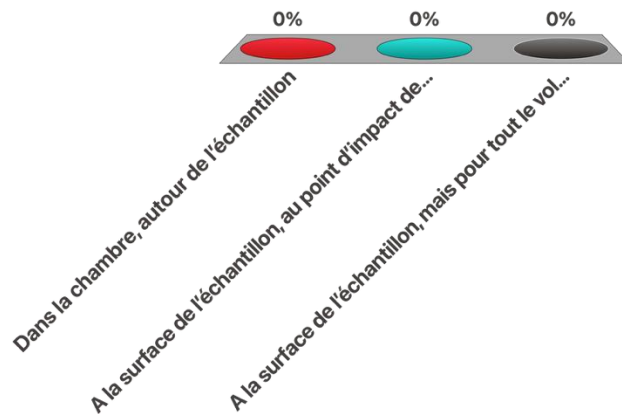
Comment varie le taux de SE avec le numéro atomique Z de l'échantillon?

- A. Il augmente jusqu'à $Z \approx 28$, puis est stable
- B. Il diminue continuellement
- C. Il augmente continuellement



Où sont produits les SE2?

- A. Dans la chambre, autour de l'échantillon
- B. A la surface de l'échantillon, au point d'impact de la sonde
- C. A la surface de l'échantillon, mais pour tout le volume d'interaction

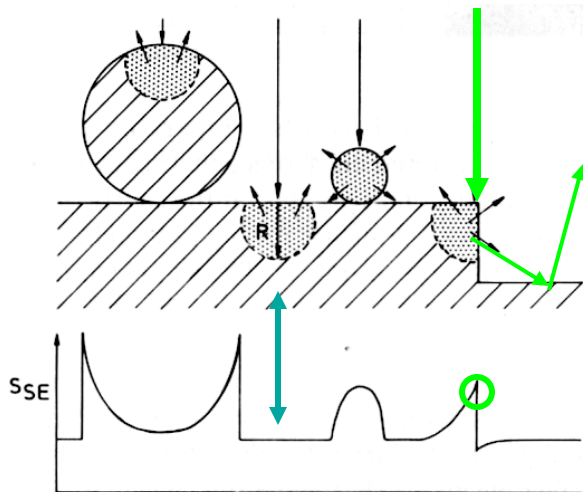


Les électrons rétrodiffusés détectés en SEM ont des énergies typiques de...

- A. Moins de 50 eV
- B. 50-150 eV
- C. 250 eV
- D. Plus de 500 eV
- E. Variable selon la topographie de l'échantillon

SEM: effet de bord

- Contraste topographique: effet de bord



Profil d'intensité sur l'image

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

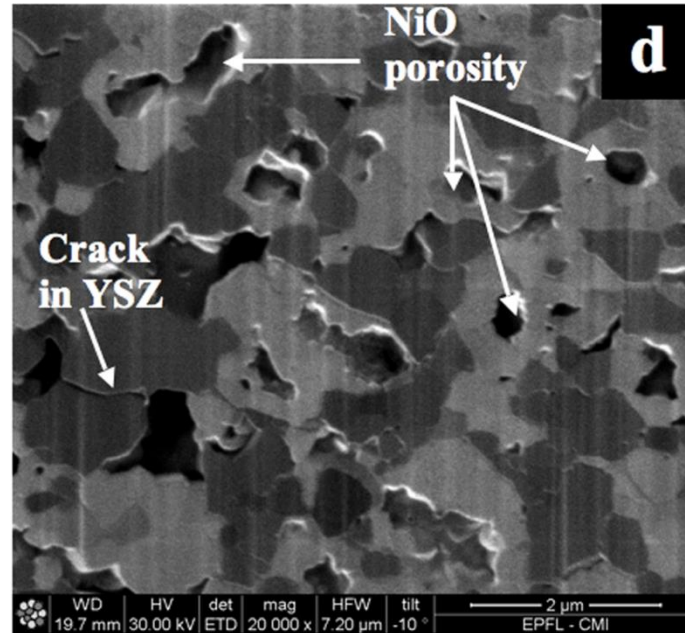
Sphère > volume d'interaction:
des é la traversent et le support
contribue également au signal

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!!!

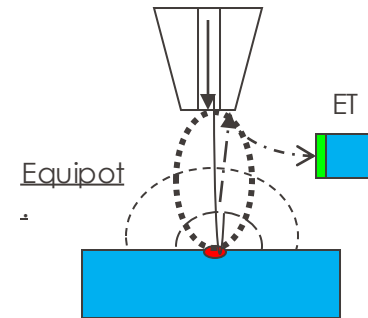
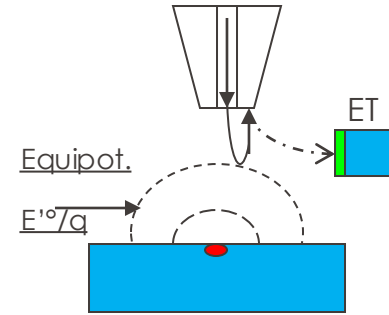
(adapted from L.Reimer, Scanning Electron Microscopy)

- Contraste topographique: effet de bord



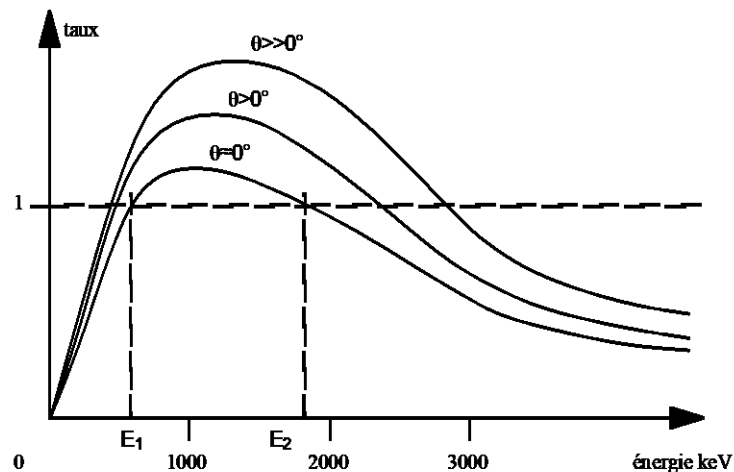
SEM: effet de charge

- 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)



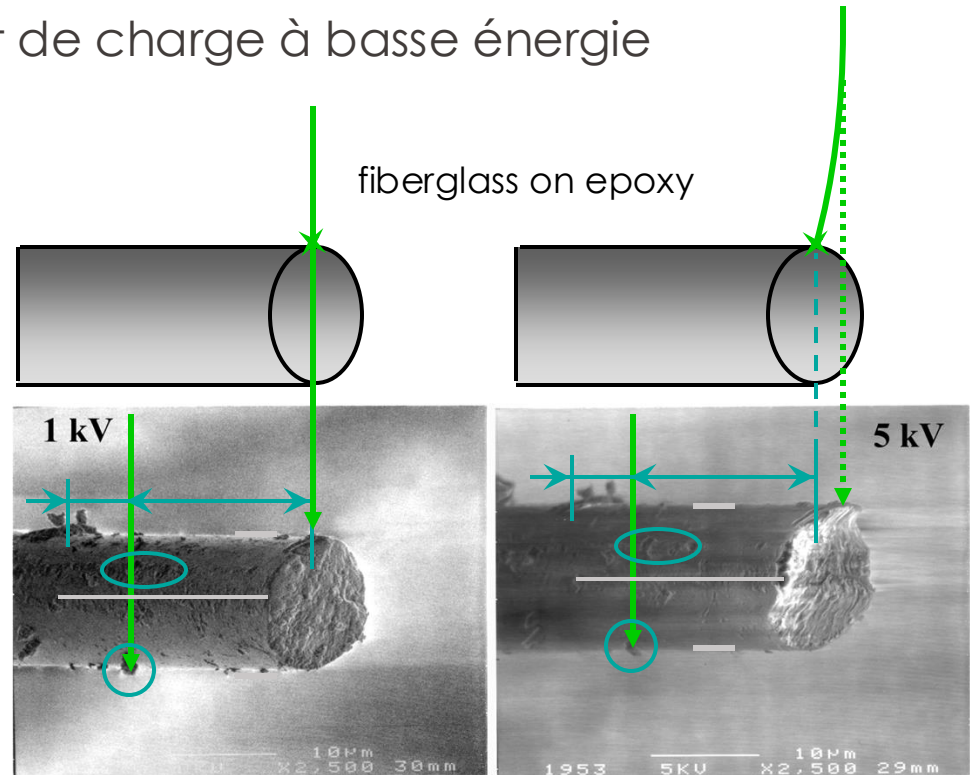
- Taux total (SE + BSE) pour un isolant

- 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 θ



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

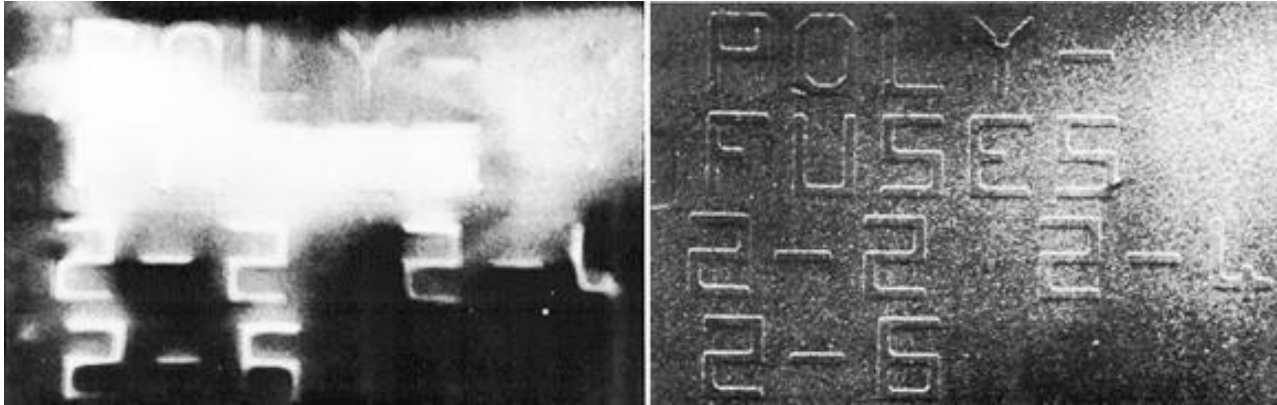
- Amélioration de l'effet de charge à basse énergie



SEM: effet de charge

- Amélioration de l'effet de charge à basse énergie

Masque pour micro-électronique: substrat SiO_2 , photoresist, en SE



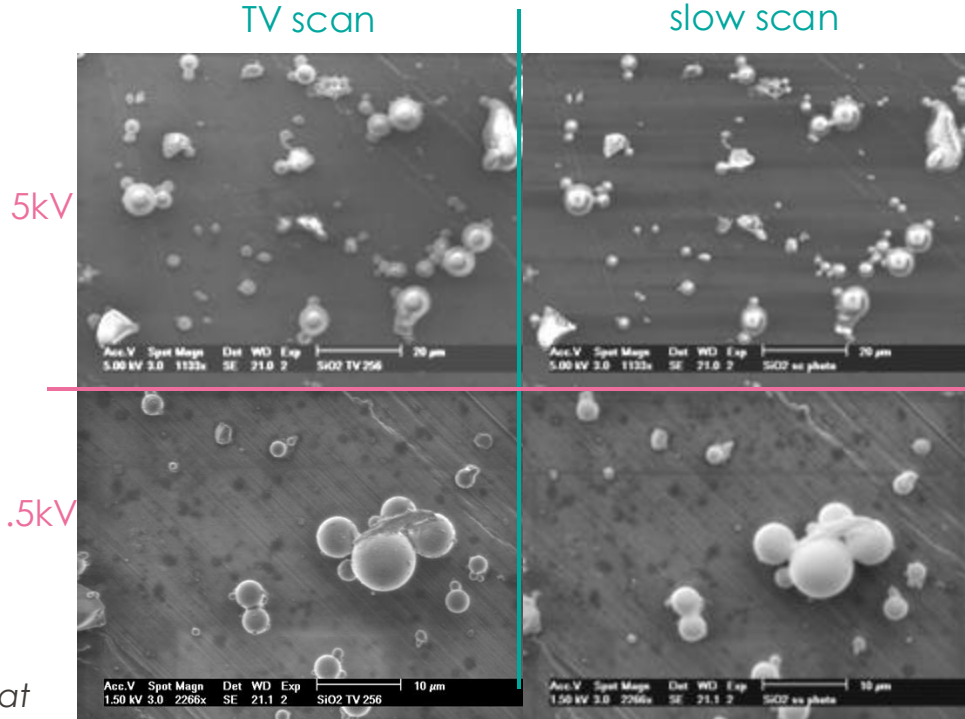
$V_{\text{acc}} \gg E_2$

$V_{\text{acc}} \approx E_2$

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



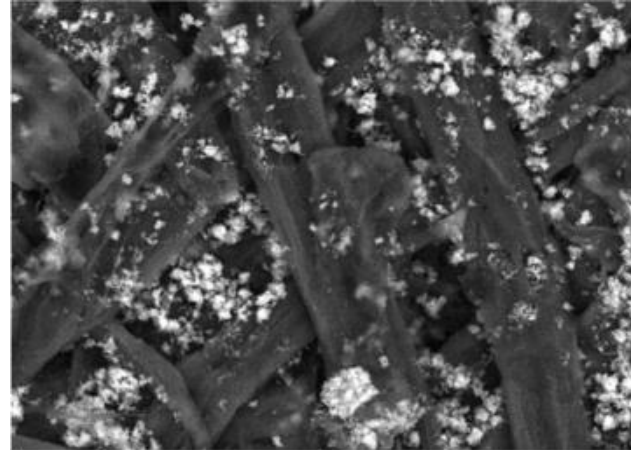
P.-A. Buffat

SEM: effet de charge

- Amélioration de l'effet de charge: pression partielle



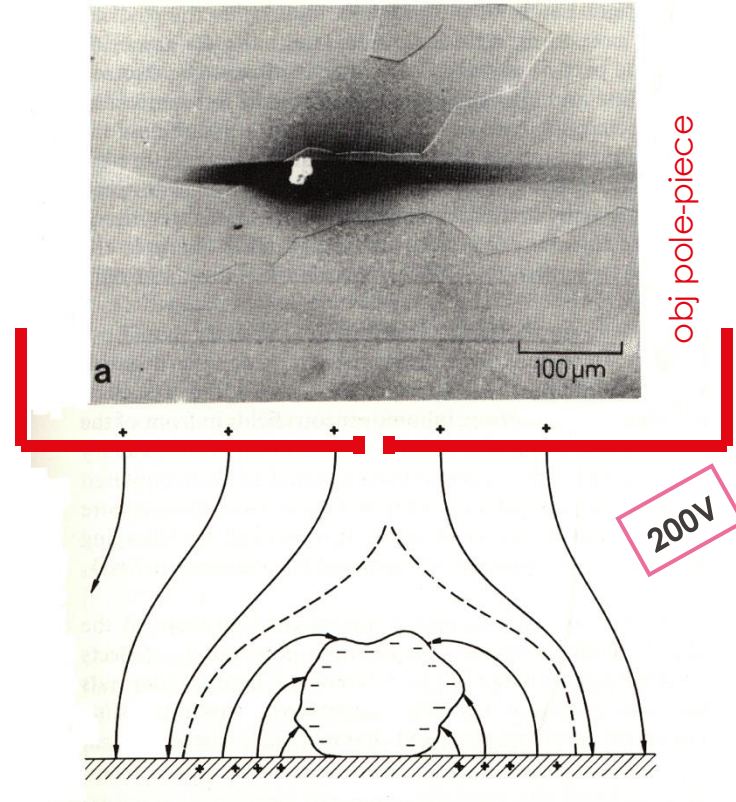
Papier, sous vide



Papier, sous air, 40 Pa

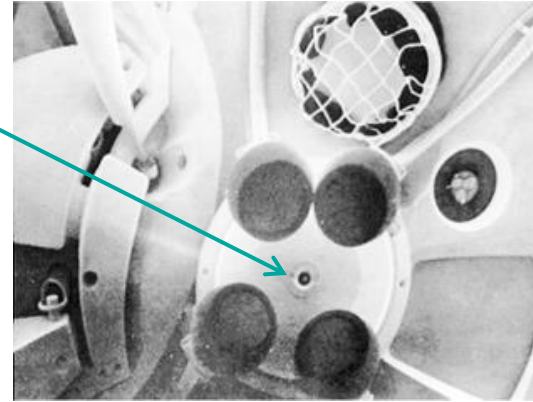
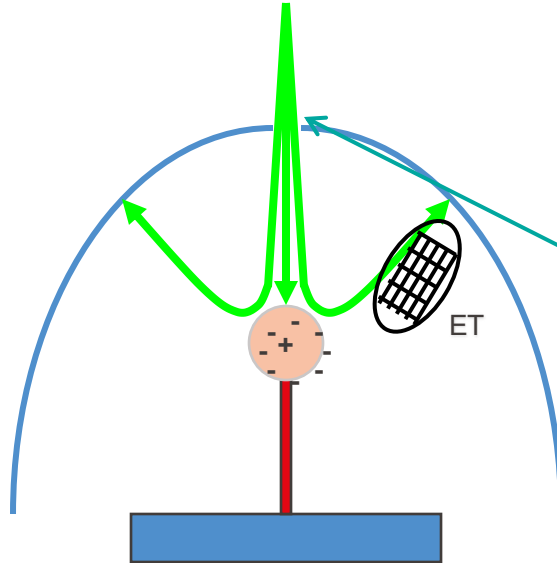
SEM: effet de charge

- 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



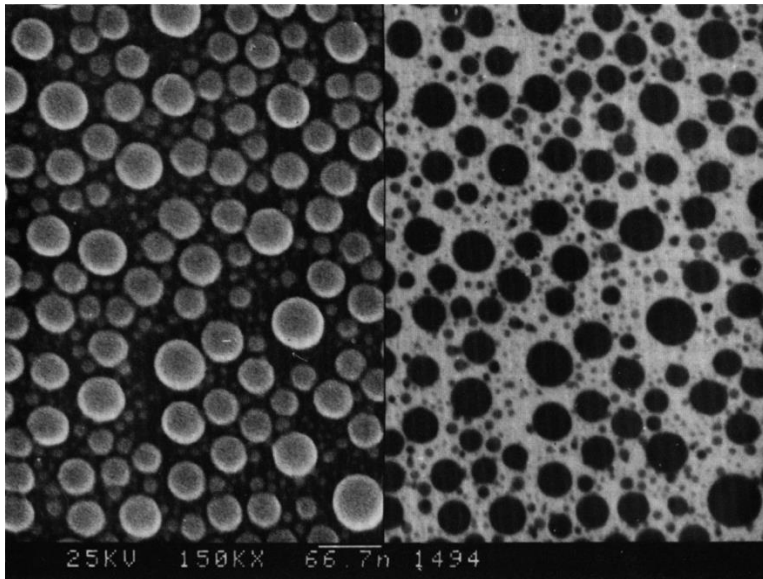
SEM: effet de charge

- 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