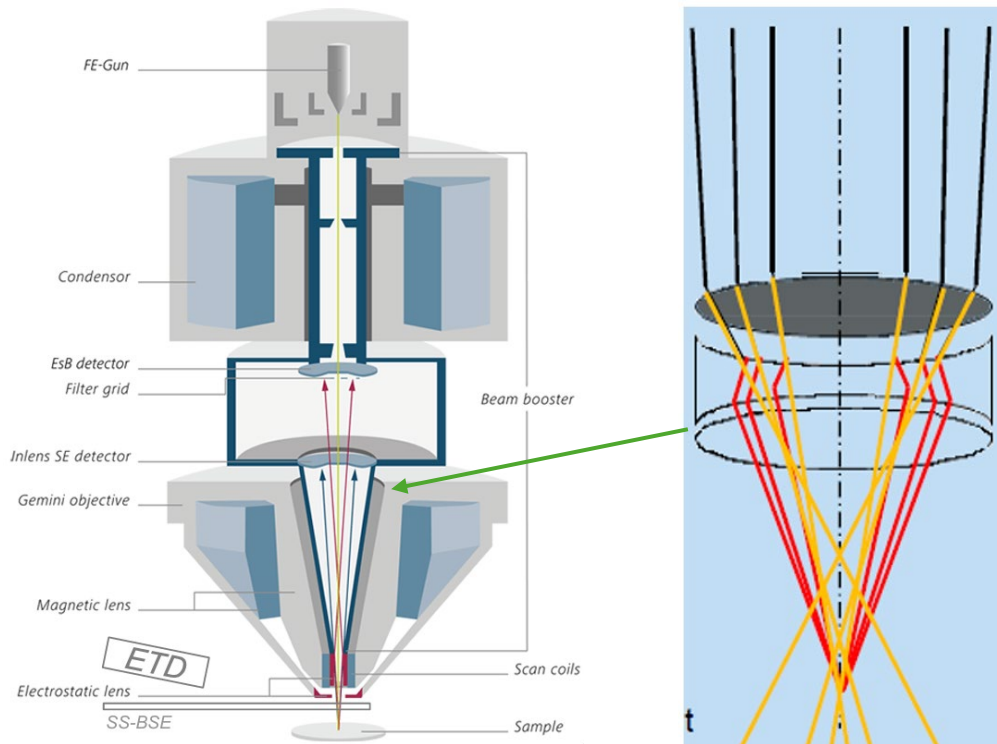


Résumé semaine 4 – SEM avancé et Focused Ion Beam (FIB)

Le SEM et ses composants:



-FE-Gun : Canon d'accélération de particules, émettant un faisceau d'électrons très stable.

-Condensor : Double lentille de condensation permettant d'ajuster l'ouverture du faisceau.

-Inlens EsB detector : Sélectionne uniquement les électrons à haute énergie (BSE). Permet d'obtenir des informations sur la composition et la densité massique de l'échantillon. Il est plus efficace à basse tension car il peut augmenter le contraste de l'image en sélectionnant qu'une gamme énergétique d'électrons grâce au filter grid.

-Filter grid : Connecté à une source de tension qui lui fournit une certaine valeur de champ électrique. Seuls les électrons ayant une énergie plus élevée que le filtre arrivent à passer à travers sans être trop déviés pour atteindre le Inlens Esb detector.

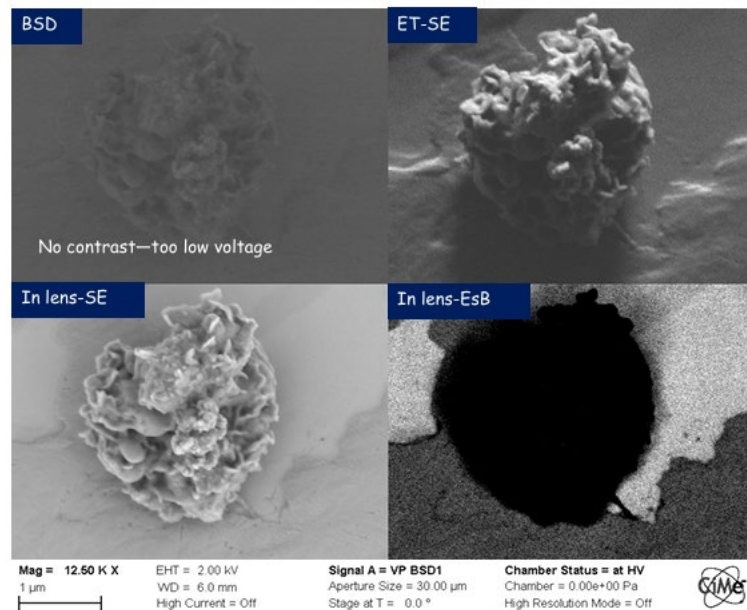
-Inlens SE detector : Permet d'obtenir des images à haute résolution de la topographie de l'échantillon sans effet d'ombre.

-Beam booster : Permet d'accélérer et décélérer le faisceau d'électrons dans la colonne, sert aussi à focaliser les électrons à haute énergie avant de les ralentir et faire des observations à basse tension pour obtenir une meilleure résolution.

-Gemini lens : Par la combinaison d'une lentille magnétique convergente et d'une lentille électrostatique divergente, elle permet de corriger la convergence et la divergence pour améliorer la résolution du microscope.

-Everhart-Thornley SE detector : Il est situé plus loin qu'un Inlens detector et en dehors de la colonne, en utilisant une orientation différente et une lumière venant d'un côté, il permet d'obtenir des informations sur les reliefs topographiques de la surface de l'échantillon.

Exemples d'images obtenues avec les différents détecteur :



L'aberration sphérique résulte du fait que la focalisation dépend de la distance axiale du trajet de l'électron. Si l'échantillon est immergé dans le champ de la lentille, la valeur minimale du coefficient d'aberration est égale à la moitié de la distance focale. Il diminue avec l'utilisation de lentilles plus puissantes. Raccourcir la distance de travail entre l'échantillon et la lentille peut également réduire l'aberration sphérique.

Fonctionnement SEM dernière génération :

-Optique électronique : Canons à émission de champ, monochromateurs amplificateurs de faisceau, décélération du faisceau, lentille intégrée, lentille semi-intégrée, lentille à immersion, plus petite distance de travail.

-Détecteurs : Everhard-Thornley (SE), détecteurs SE en colonne (à travers la lentille, dans la lentille, dans le faisceau), détection BSE basse tension, filtrage énergétique (séparation des matériaux et contraste topographique).

Imagerie basse tension SEM :

-Pas de préparation d'échantillon nécessaire car la basse tension réduit les effets de charge.

-Augmentation de la sensibilité à la surface, les rayons à basse tension ne pénètrent peu ou pas l'échantillon, donnant une image très détaillée de sa surface.

-Meilleure résolution car les électrons à basse énergie interagissent plus fortement avec la surface de l'échantillon.

-Le faisceau étant moins énergétique, les échantillons ont moins de risque d'être endommagé, ce qui est très avantageux pour les échantillons organiques.

- Un désavantage est la contamination par des hydrocarbures. Cette contamination endommage l'image à basse tension. Le nettoyage plasma de l'échantillon avant insertion permet d'éviter cela (le plasma oxygène détruit les hydrocarbures) ou bien effectuer un nettoyage plasma de la chambre à chaque insertion.

FIB = Focused Ion Beam

C'est quoi : Technique de microscopie (et micro-usinage) fonctionnant avec un faisceau d'ions focalisés qui interagissent avec la surface de l'échantillon.

Comment : Un champ électromagnétique puissant provoque l'émission d'ions chargés positivement.

Source : LMIS (Liquid Metal Ion Source)

- par exemple le Gallium. Pratique car : métallique, Température de fusion basse, pas de chevauchement avec d'autres éléments dans l'EDX

technique de focalisation utilisée : système optique avec lentilles électrostatiques

1. **pourquoi utiliser des ions à la place des électrons ? (comparaison FIB – SEM)**

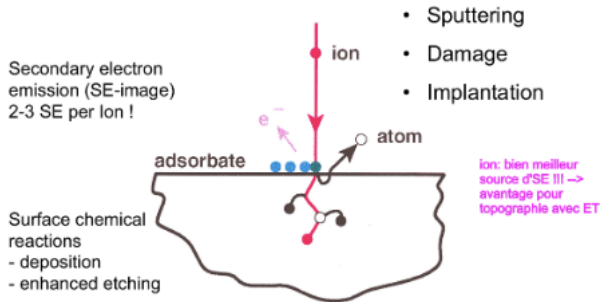
électrons :

- **très petits**
 - dévient plus fortement par champ magnétique, trajectoire sensible aux perturbations
- **interagissent avec les couches internes** des atomes (K,L)
 - permet l'analyse chimique, émission rayons X et BSE plutôt que SE
- **pénètrent profondément** dans le matériau
 - explorer la structure interne, mauvaise résolution de surface
- **masse faible** → plus grande vitesse pour même énergie, ce qui réduit la probabilité de collisions, donc pénétration profonde avec peu de matière éjectée
 - imager sans endommager, pas d'usinage ou analyse de surface
- **charge négative** → interactions magnétique, donc nécessite des lentilles magnétiques (qui jouent sur la force de Lorentz) pour focaliser le faisceau

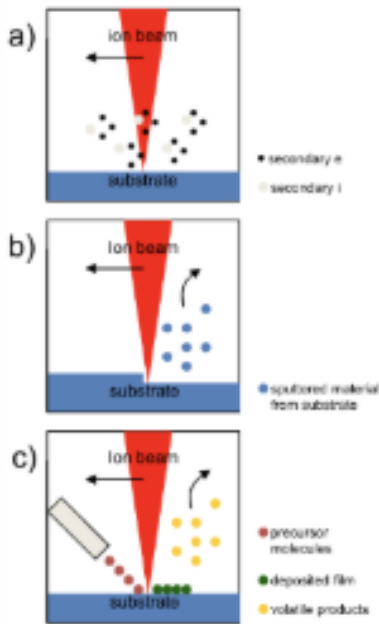
ions :

- **grands**
 - interaction avec couches externes → pas de rayons X émis
 - interaction localisée à la surface (usinage et topographie)
 - pas d'analyse chimique directe (via émission X)
 - probabilité d'interaction avec la matière supérieure
 - enlever/modifier la surface, endommage la surface
 - profondeur de pénétration inférieure
 - bonne résolution de surface, peu d'infos sur les couches internes
- **ions peuvent rester piégés** après impact
 - dopage local, contamination/modification de la structure
- **masse élevée :** ion lent, mais avec moment cinétique très élevé
 - usinage, génère des dommages
- **usinage** = sculpter la matière à l'échelle nanométrique
- **charge positive** → se focalisent par des lentilles électrostatiques
 - pas d'effets magnétiques parasites (SEM)

2. Interaction ion-matière :



les 3 modes de fonctionnement principaux



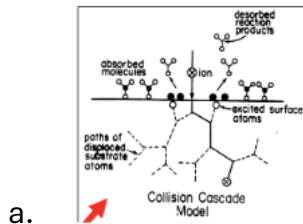
a) **FIB imaging** (=imagerie) pour la détection d'électrons et d'ions secondaires

- Faible courant d'ions
- Meilleurs contrastes et moins bonne topographie que ET

b) **FIB milling** (=usinage) pour pulvériser des atomes du substrat (échantillon)

- Fort courant d'ions
- Fonctionne aussi avec matériaux hétérogènes

c) **FIB déposition** pour améliorer la gravure en ayant des réactions chimiques de surface assistées par gaz



Autres effets : implantation d'ions, déplacement d'atomes dans le solide (induit dommages), émission de phonons (chauffe).

Contraste par canalisation : selon l'orientation, des zones du cristal sont plus clair/sombre

- Faisceau aligné aux colonnes atomiques : peu collisions → peu SE → + sombre
- Faisceau incliné : + d'interactions → + de sputtering et SE → image + clair
- Variation topographique : si « trou » → + de profondeur dans cette direction

Sputtering yield : nbr d'atomes éjectés par ion incident. Dépend de l'angle incident ϕ

- Usinage : attaque perpendiculaire à la surface amplifie les rugosités, car elles ont un taux d'attaque supérieur. → difficile d'avoir une surface plane
 - Sputterrate : le taux d'attaque = vitesse à laquelle on enlève la matière. Dépend des liaisons entre atomes (et non de la masse atomique)
- Polissage : à faible angles, permet de créer une surface plane, car le taux d'attaque est nul pour ce qui est parallèle au faisceau (rugosité)
- Faible angle indicent : taux d'attaque baisse fortement

- Grand angle incident : + de probabilité de collision en cascade près de la surface
- $\phi = 75^\circ$: taux d'attaque maximal

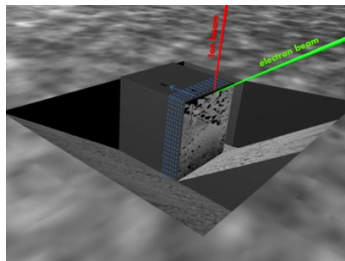
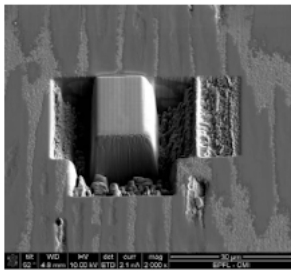
Application FIB :

- Travail sur micro-puces électroniques (destruction de fines couches ou dépôts en points précis)
- Usinage de pointes AFM et d'autre nano structures
- préparation d'échantillons pour TEM

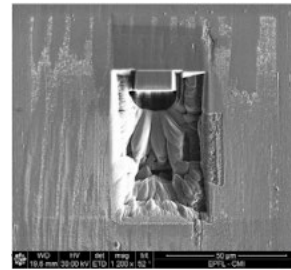
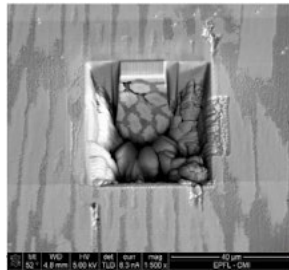
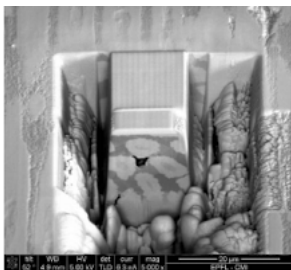
FIB Nanotomography 3D Microscopie :

Dépôt d'une couche métallique des protections pour définir zone à conserver.

Utilisation d'un FIB afin de définir lingot d'observation en éliminant la matière autour, sans endommager le volume sous couche de protection, tout en définissant une première surface d'observation.



La surface est enregistrée grâce à un canon à électrons puis une fine couche est décrochée découvrant une nouvelle surface. Les étapes sont répétées jusqu'à ce que l'entièreté de l'objet soit consommé



On se retrouve ensuite avec une suite de surfaces successives qui grâce à un logiciel peuvent être rassemblées en un représentation 3D de l'objet observé. À partir de cela il est possible d'analyser les grains et la structure 3D de l'objet. Toutes les coupes différentes dans différentes orientations que celle de coupe peuvent être générée.

Il est important de faire attention dans le choix des paramètres. Les problèmes principaux auxquels il faut faire attention sont :

1. faire des couches trop épaisses et de ne pas avoir assez d'informations afin de reconstruire l'objet en 3D
2. de récolter trop d'image et d'avoir des problèmes de stockage.
3. utiliser une tension d'observation plus petite afin de réduire le volume d'interaction au minimum et observer que la couche la plus fine possible.
4. différents types de détecteurs utilisés afin d'obtenir le plus d'infos sur couches(profils, différents éléments composants..)