

# Introduction à la microscopie

Marco Cantoni  
Aïcha Hessler-Wyser

CIME, PV-Lab

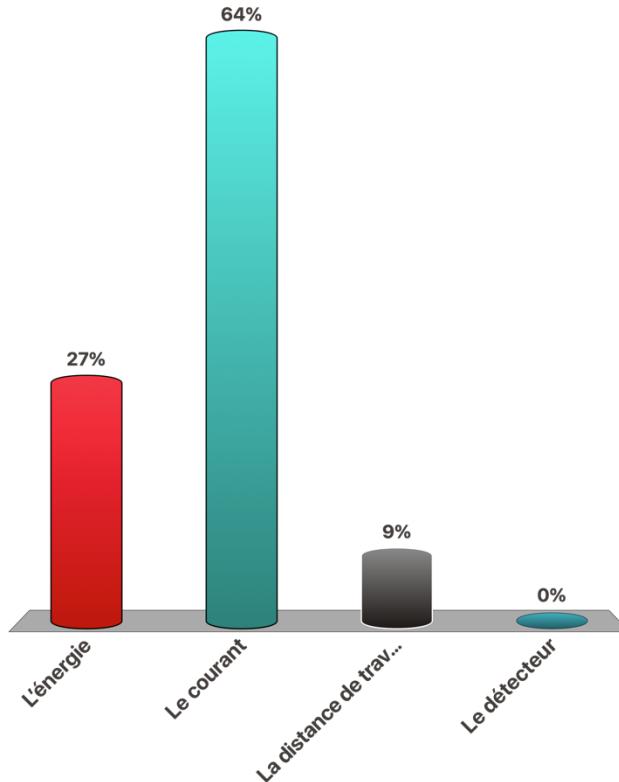
Sondage: [responseware.eu](http://responseware.eu)  
ID: intromicro

QCM, attention, dans certains cas, plusieurs réponses sont possibles.

1	Quel paramètre a un impact sur la taille de sonde?	1. L'énergie 2. Le courant 3. La distance de travail 4. Le détecteur	
2	Quelle information obtient-on en détectant des RX?	1. Un contraste en Z 2. Un contraste en topographie 3. Une concentration chimique 4. Un contraste de diffraction	
3	Pour obtenir un bon contraste en Z (pour n'importe quel Z) en SEM, quel détecteur faut-il utiliser ?	1. le détecteur d'électrons secondaires 2. le détecteur Bright Field 3. le détecteur EDX 4. le détecteur BSE 5. le détecteur EBSD 6. le détecteur Dark Field 7. le détecteur Everhardt-Thornley	
4	Comment varie le taux de SE avec le numéro atomique de l'échantillon?	1. Il augmente quand Z > 28 et est ensuite stable 2. Il diminue continuellement 3. Il augmente continuellement	
5	Où sont produits les SE2?	1. Dans la chambre, autour de l'échantillon 2. A la surface de l'échantillon, au point d'impact de la sonde 3. A la surface de l'échantillon, mais pour tout le volume d'interaction	
6	Les électrons rétrodiffusés détectés en SEM ont des énergies typiques de	1. moins de 50 eV 2. 50-150 eV 3. 250-500 eV 4. plus de 500 eV 5. variables selon la topographie de l'échantillon	

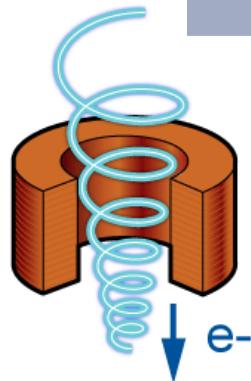
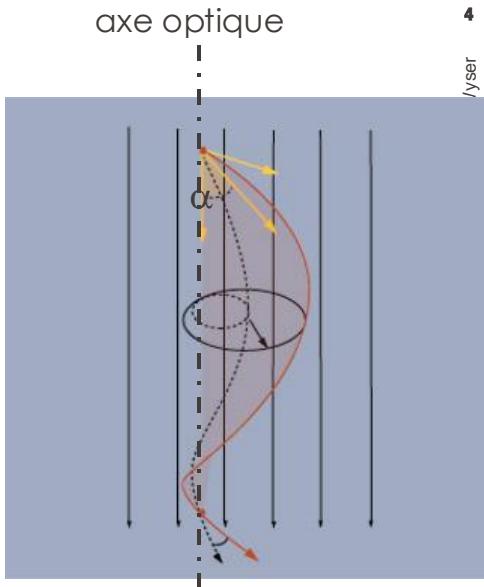
# Quel paramètre a un impact sur la taille de sonde?

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

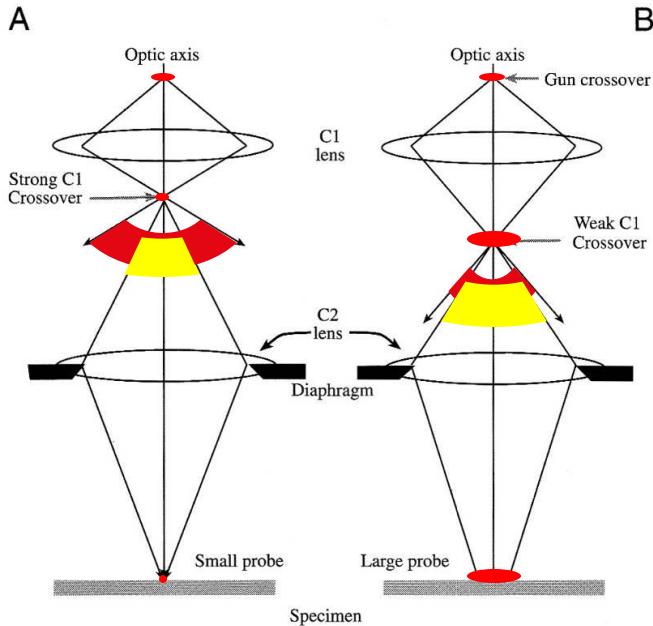


# Lentilles pour électrons

- Champ homogène,  $\alpha$  est petit
- Composante de  $\mathbf{v} \parallel \mathbf{B}$  n'est pas modifiée
- Composante de  $\mathbf{v} \perp \mathbf{B}$ :  $v_r \ll |\mathbf{v}|$
- Spirale de rayon  $r = m v_r / eB$
- Tous les électrons du faisceau qui croisent l'axe optique en un point le recroisent en un même point,  $\alpha$  et  $v_r$
- Longueur focale  $f$  ajustée par  $B$ , et donc par le courant qui traverse la bobine
  - Quand  $B$  augmente,  $f$  diminue

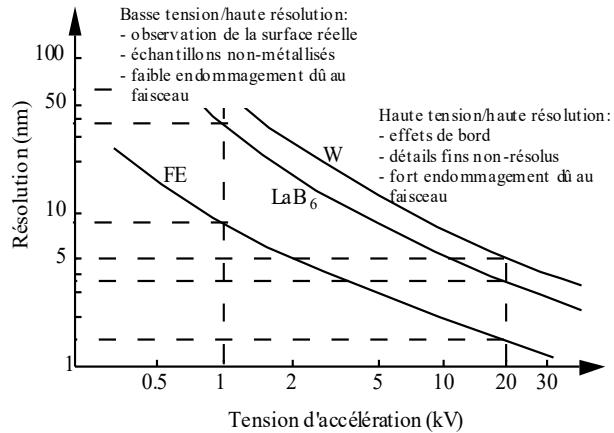


# Lentilles pour électrons



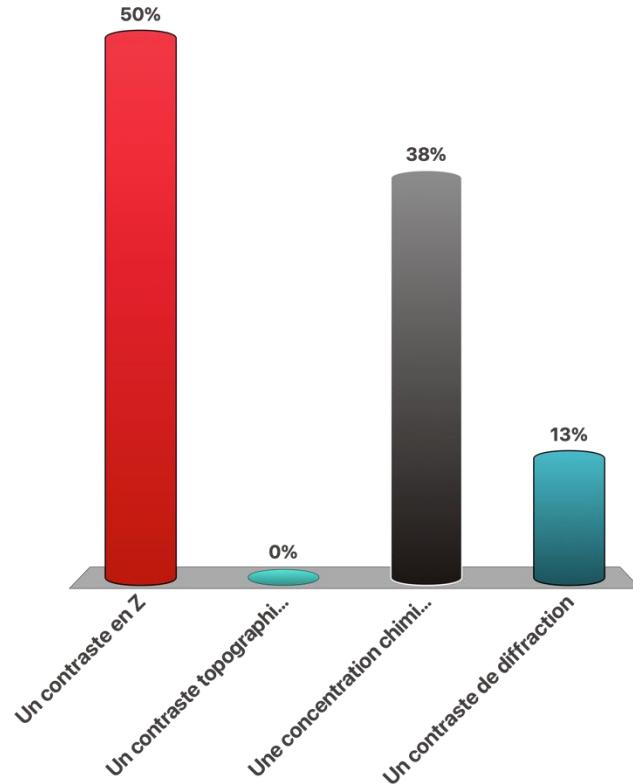
**Figure 9.5.** Effect of the C1 lens strength on probe size: a stronger C1 lens (A) results in greater demagnification by any subsequent lens (C2 or C3), giving a smaller electron beam at the specimen. A weaker lens (B) gives a broader probe.

- La lentille condenseur définit:
  - La taille de la sonde
  - Le courant de la sonde
  - Courant faible => sonde fine
  - Courant élevé => sonde large
- L'énergie joue aussi sur la taille de sonde (Force de Lorentz!)

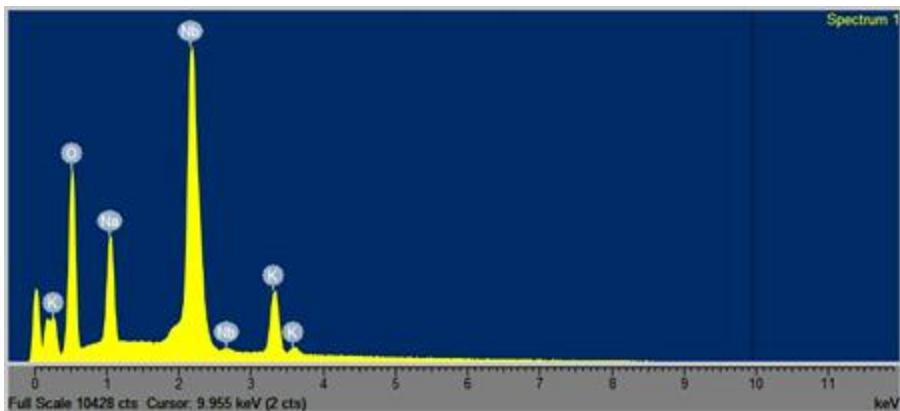
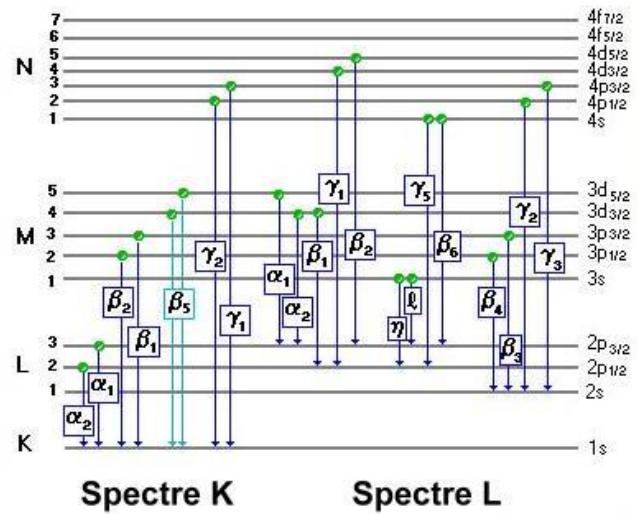


# Quelle information obtient-on en détectant des Rayons X?

- A. Un contraste en Z
- B. Un contraste topographique
- C. Une concentration chimique
- D. Un contraste de diffraction

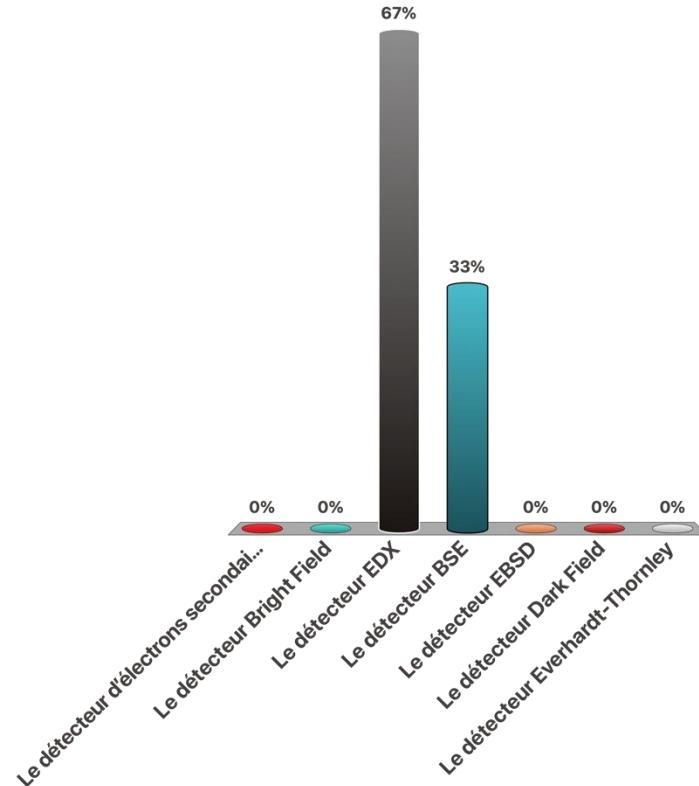


# Quelle information obtient-on en détectant des Rayons X?



# 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



# SEM: tension d'accélération

## Contraste en Z à faible énergie

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

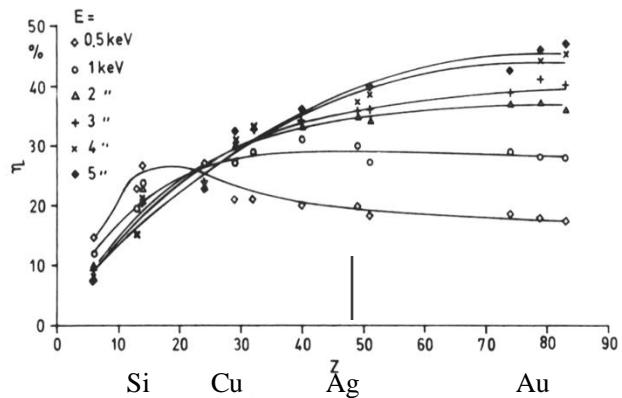
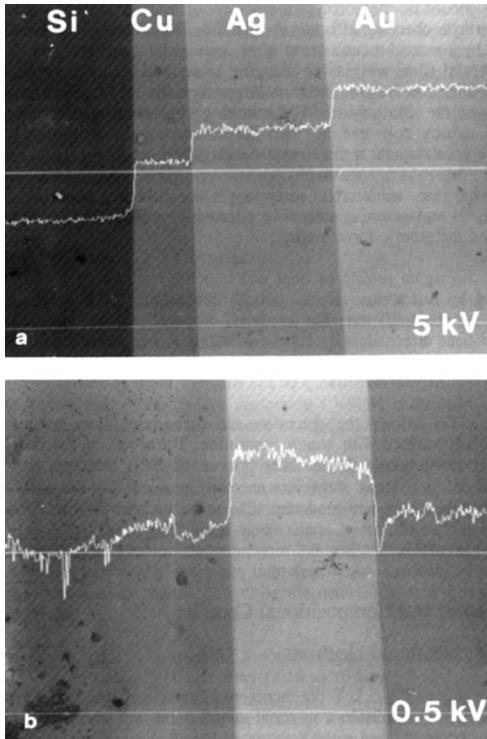


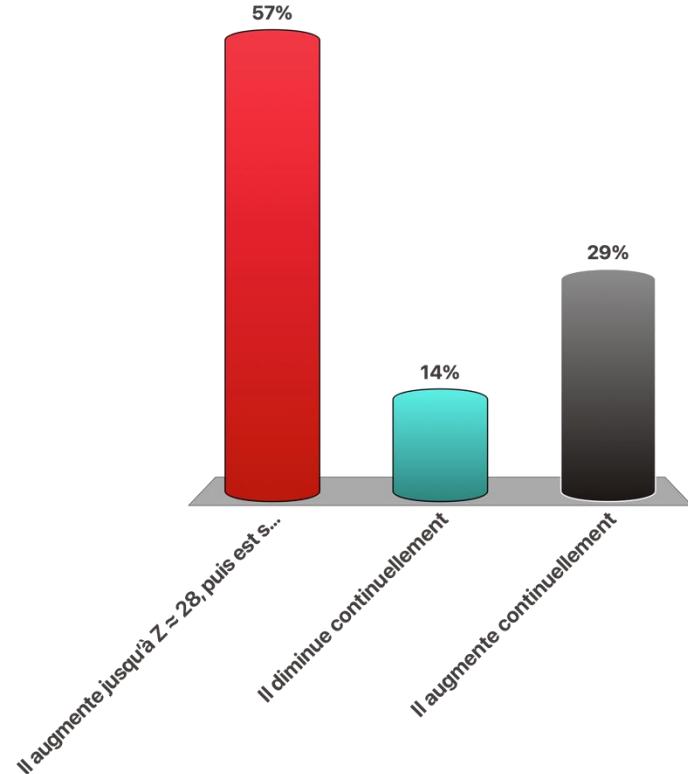
Fig. 4.1. Dependence of the backscattering coefficient  $\eta$  at normal incidence ( $\phi=0$ ) on atomic number  $Z$  for different electron energies.



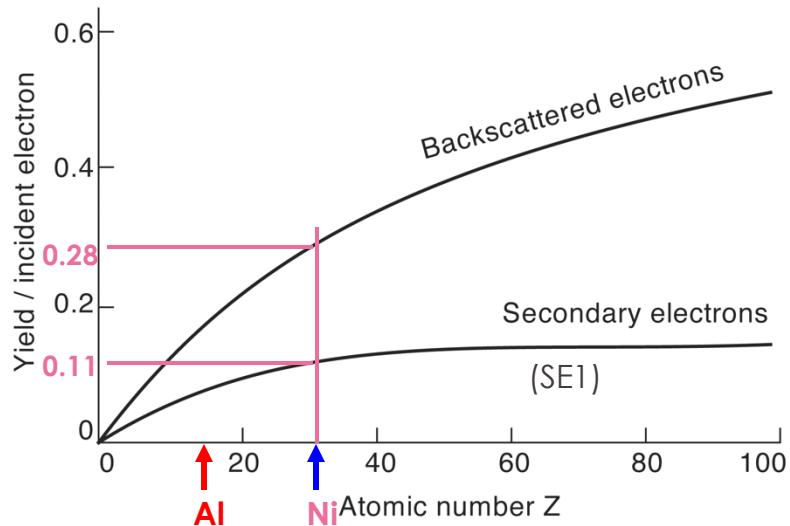
from L.Reimer, *Image formation in low-voltage SEM*

# 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



- 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  $0 \leq C \leq 1$

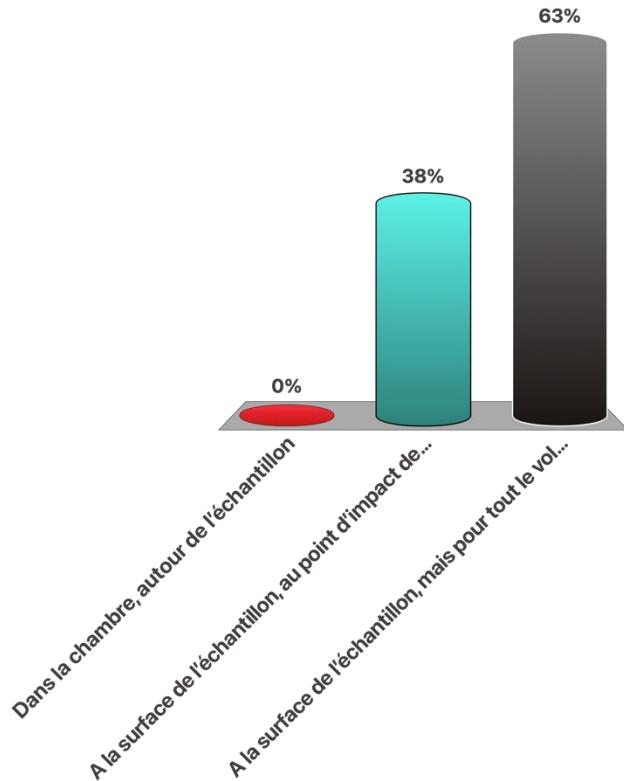
**BSE: contraste « chimique »** pour tous les éléments (sensibilité  $\approx Z=0.5$ )

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

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

# Où sont produits les SE2?

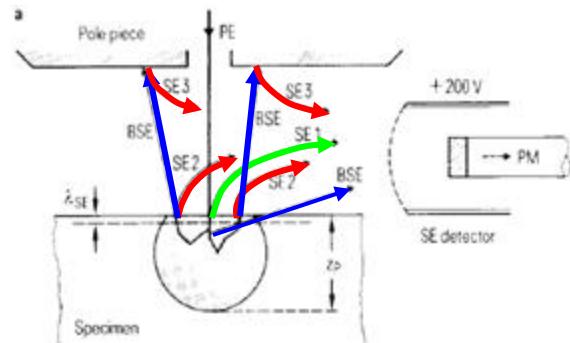
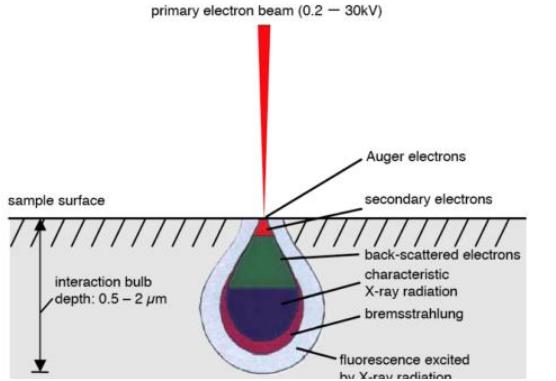
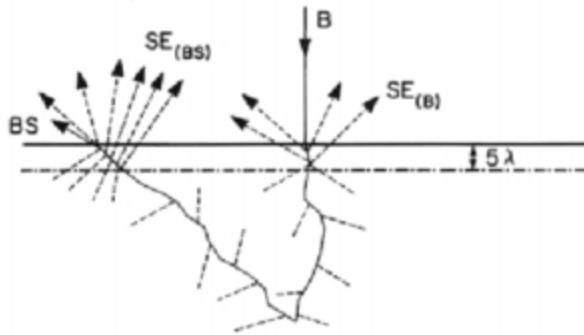
- A. Dans la chambre, autour de l'échantillon
- B. A la surface de l'échantillon, au point d'impact de la sonde
- C. A la surface de l'échantillon, mais pour tout le volume d'interaction



# SEM: contrastes

- Divers types d'électrons secondaires

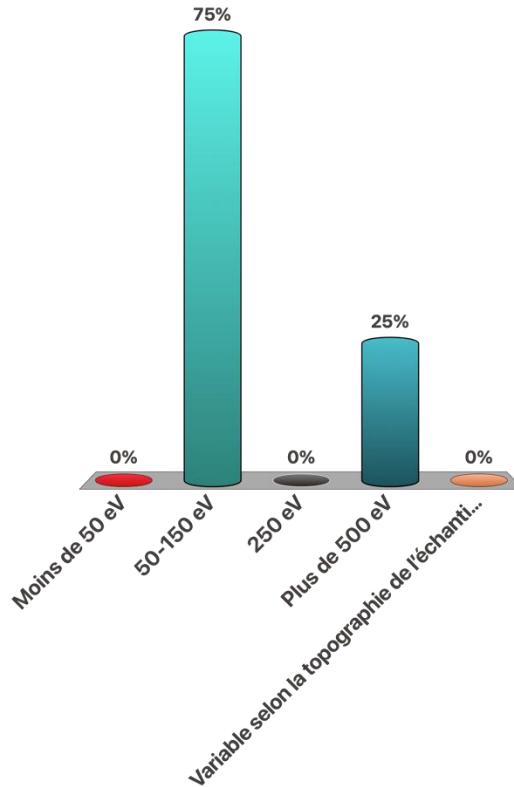
- **SE1:** é secondaires provenant d faisceau incident
- **SE2: BSE** quittant l'échantillon
- **SE3: BSE** arrivant sur l'environnement



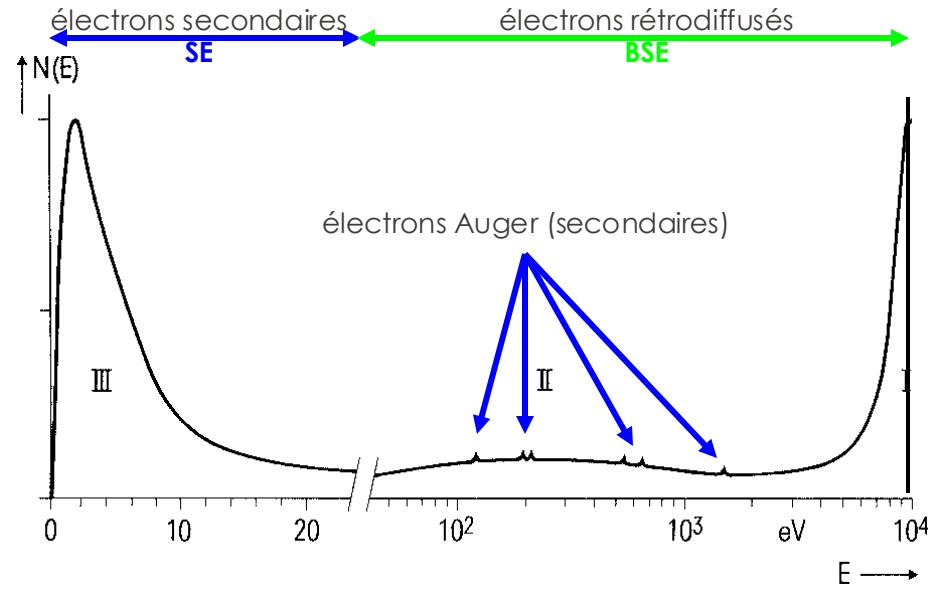
(from L. Reimer, Scanning Electron Microscopy)

# 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

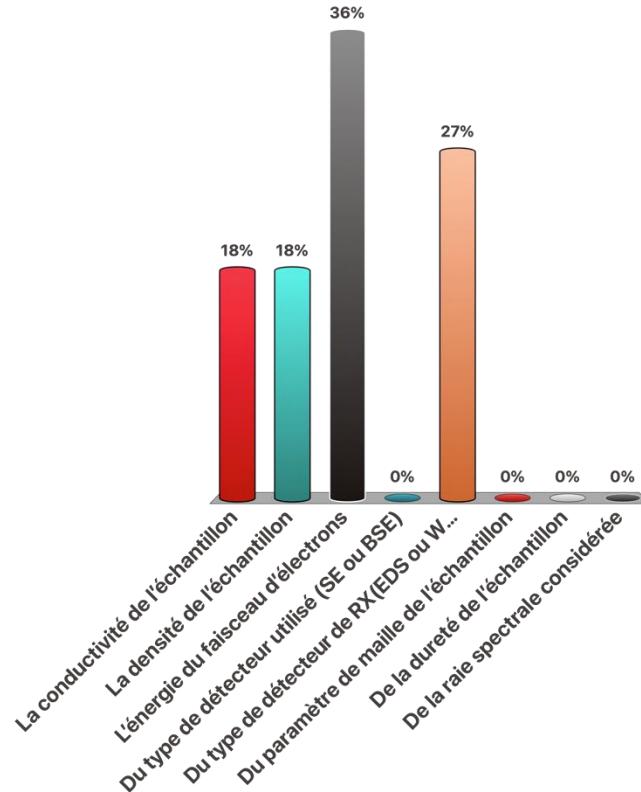


- Spectre d'énergie des électrons sortants

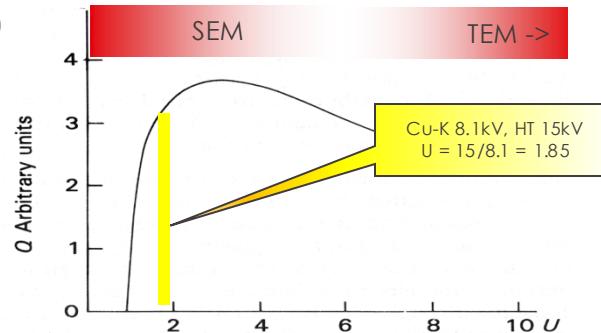
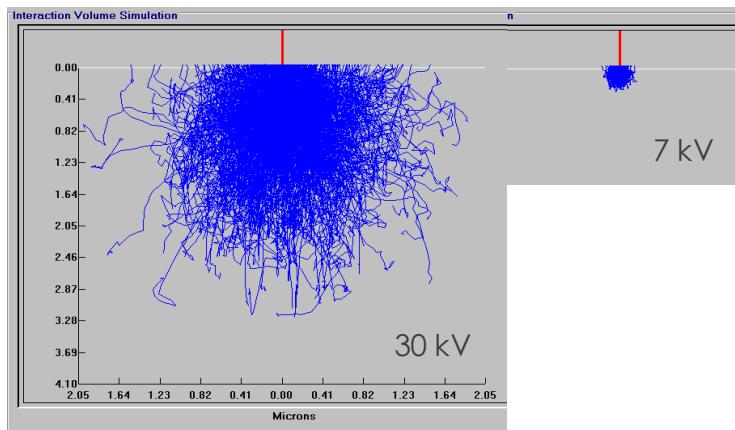
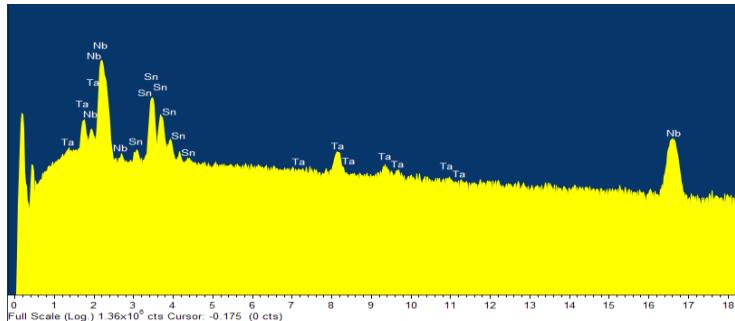


# La résolution spatiale d'une analyse EDX dépend de...

- A. La conductivité de l'échantillon
- B. La densité de l'échantillon
- C. L'énergie du faisceau d'électrons
- D. Du type de détecteur utilisé (SE ou BSE)
- E. Du type de détecteur de RX(EDS ou WDS)
- F. Du paramètre de maille de l'échantillon
- G. De la dureté de l'échantillon
- H. De la raie spectrale considérée



# Tension et volume d'interaction

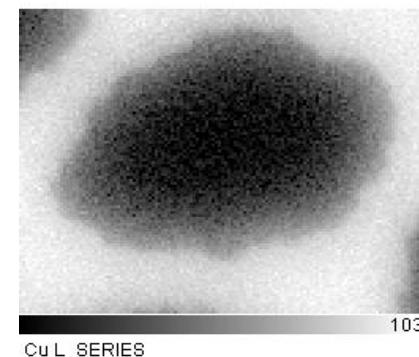
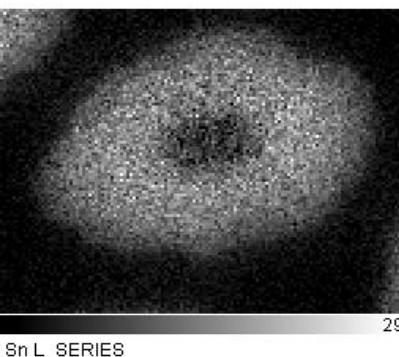
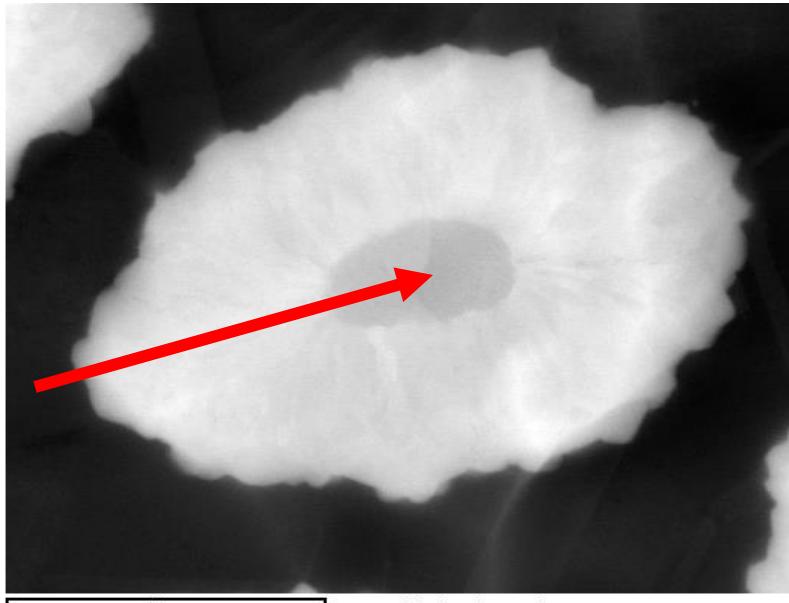
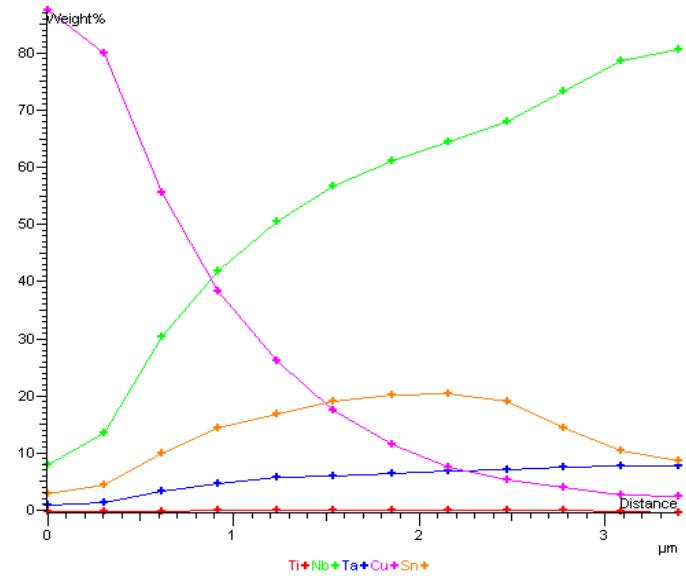


- Nb K<sub>α1</sub> 16.6 keV
- Ta L<sub>α1</sub> 8.14 keV
- Cu K<sub>α1</sub> 8.1 keV
- Sn K<sub>α1</sub> 25.2 keV
- Nb L<sub>α1</sub> 2.14 keV
- Ta M<sub>α1</sub> 1.71 keV
- Cu L<sub>α1</sub> 0.93 keV
- Sn L<sub>α1</sub> 3.44 keV

Pour ioniser les atomes de l'échantillon, les électrons incidents DOIVENT avoir une énergie supérieure au niveau des couches internes  $U > 1$ . Pour que cela soit efficace, il faut avoir environ deux fois le seuil d'énergie d'inionisation  $U > 2$ .

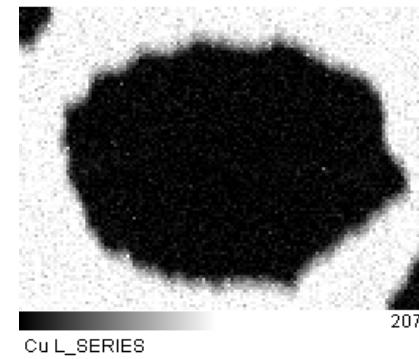
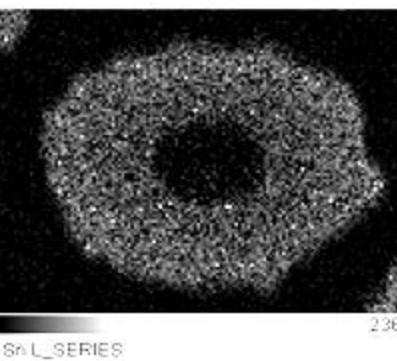
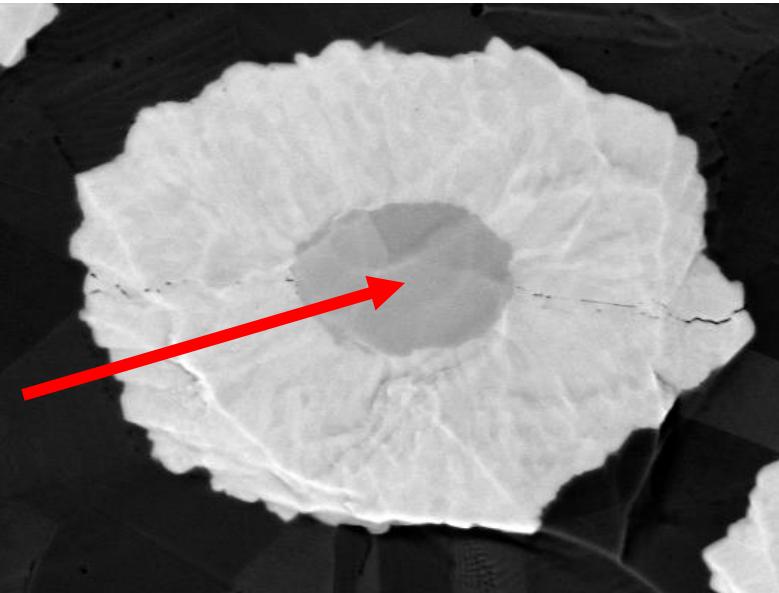
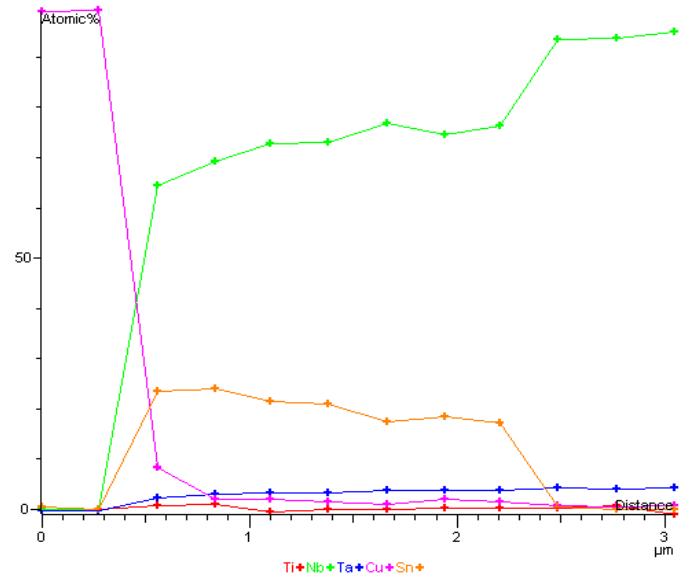
# Résolution spatiale @ 30 kV

■ Microscopie électronique: EDS



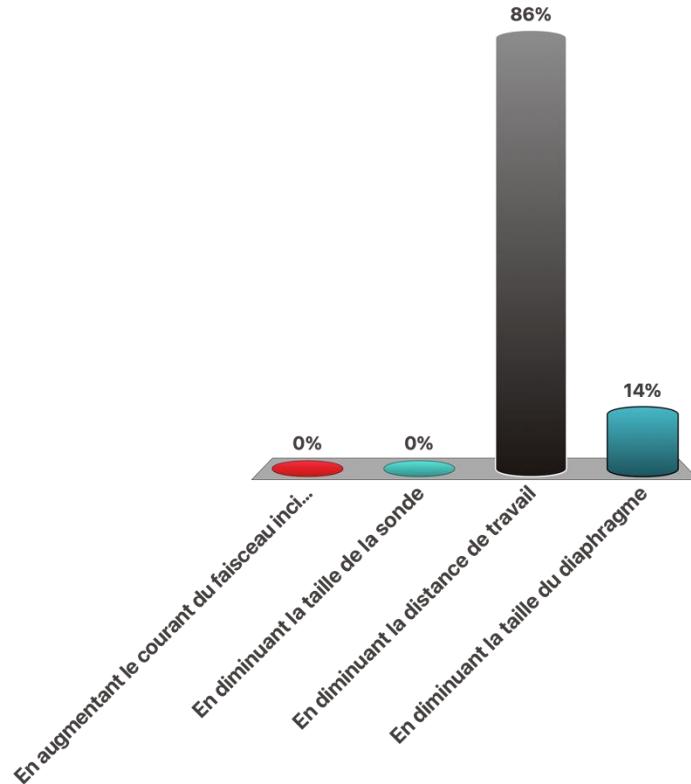
# Résolution spatiale @ 7 kV

■ Microscopie électronique: EDS

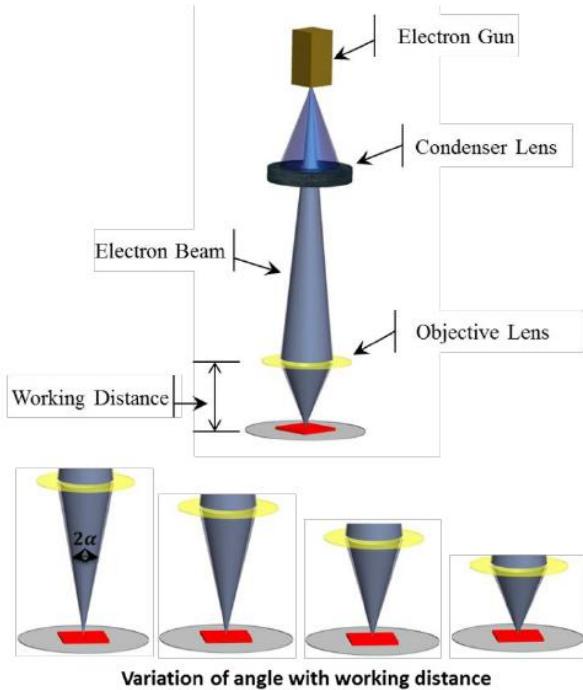


# Comment diminuer la profondeur de champ en SEM?

- 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



- Profondeur de champ en fonction de  $d_{sonde}$
- Distance de travail
- Influence sur l'angle de convergence



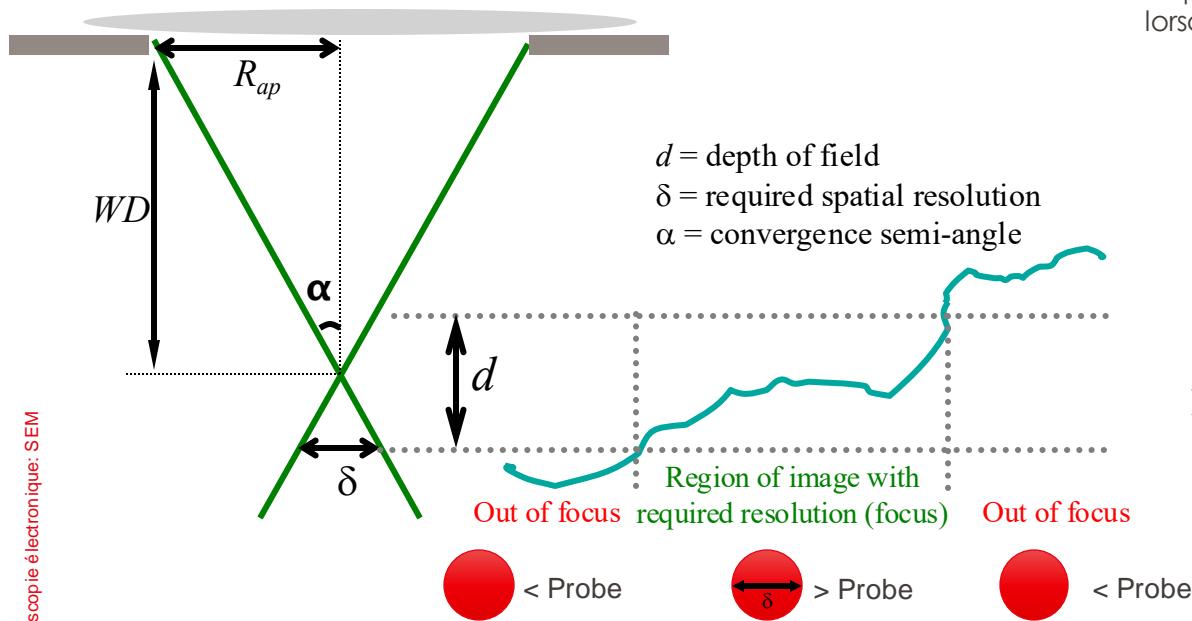
La profondeur de champ augmente lorsque  $\alpha$  diminue

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

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

# SEM: profondeur de champ

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



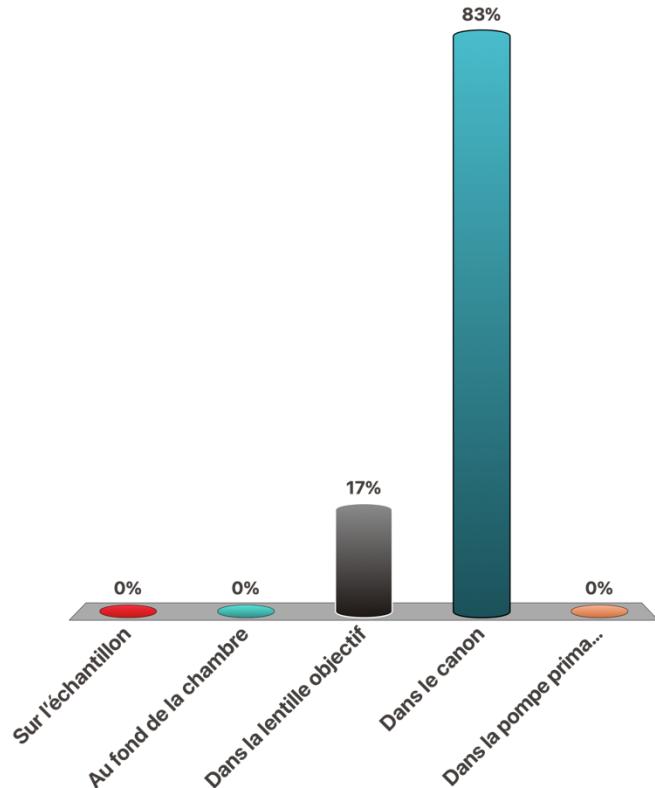
La profondeur de champ augmente lorsque  $\alpha$  diminue

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

$$h_{\text{prof.champ}} = \max \left( \frac{\frac{1}{2d_{\text{sonde}}}}{\frac{1}{2\text{pixel}^{\text{"image"}}}} \right)$$

# A quel endroit du microscope trouve-t-on le meilleur vide?

- A. Sur l'échantillon
- B. Au fond de la chambre
- C. Dans la lentille objectif
- D. Dans le canon
- E. Dans la pompe primaire

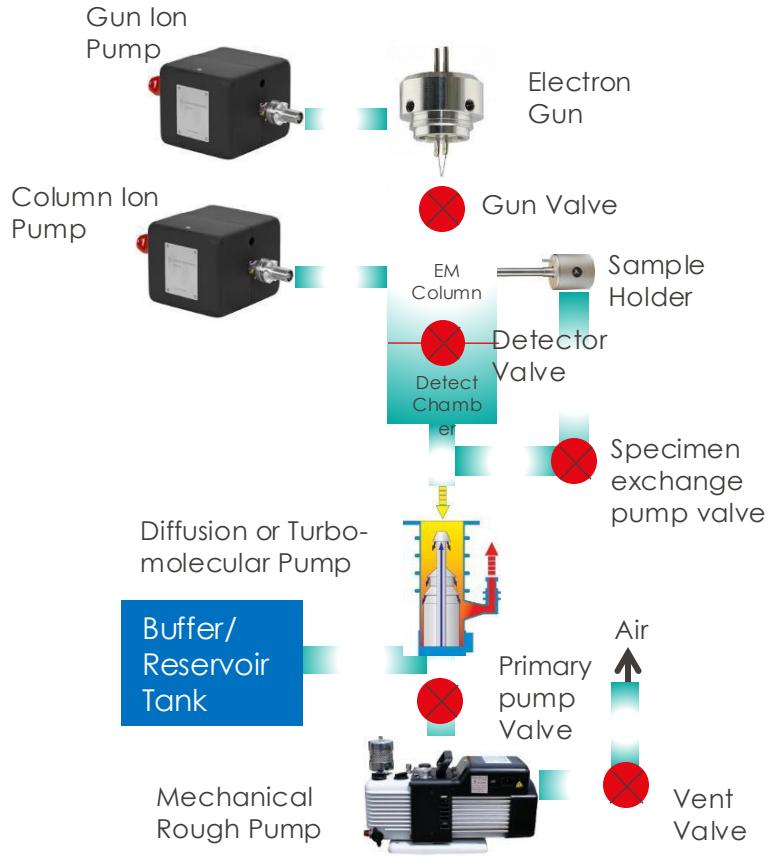


# Système de pompage

- Vide primaire ( $>0.1$  Pa)
  - Pompe à palettes
- Vide secondaire ( $<10^{-4}$  Pa)
  - Pompe à diffusion d'huile
  - Pompe turbo-moléculaire
- Haut vide et Ultra-vide ( $<10^{-6}$  Pa)
  - Pompe ionique
  - Pièges à azote liquide

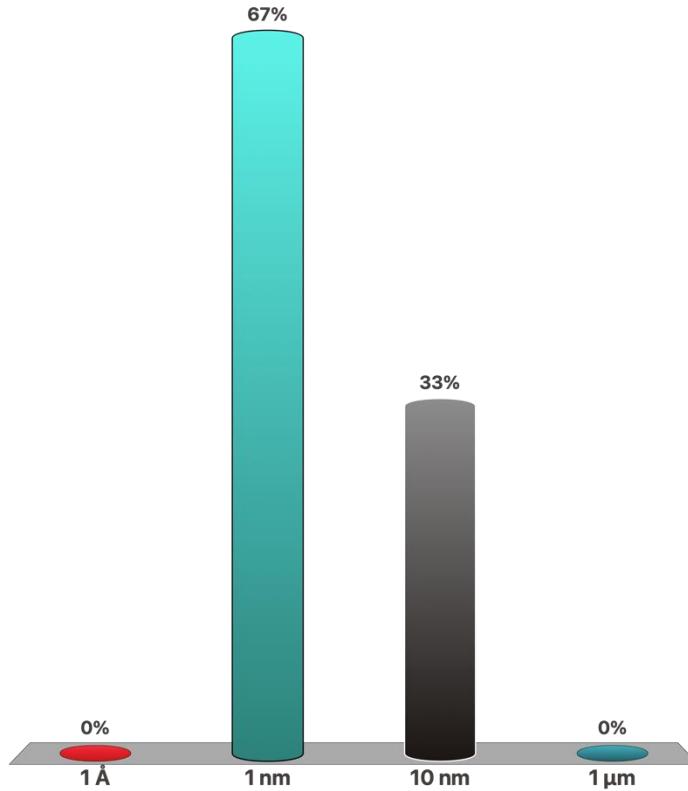
$$1 \text{ atm} = 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Pa} = 0.01 \text{ mbar}$$



# Un SEM moderne a une résolution potentielle d'environ...

- A. 1 Å
- B. 1 nm
- C. 10 nm
- D. 1 µm



# MERLIN™ - Analytical power for the sub-nanometer world



## Gemini® II column

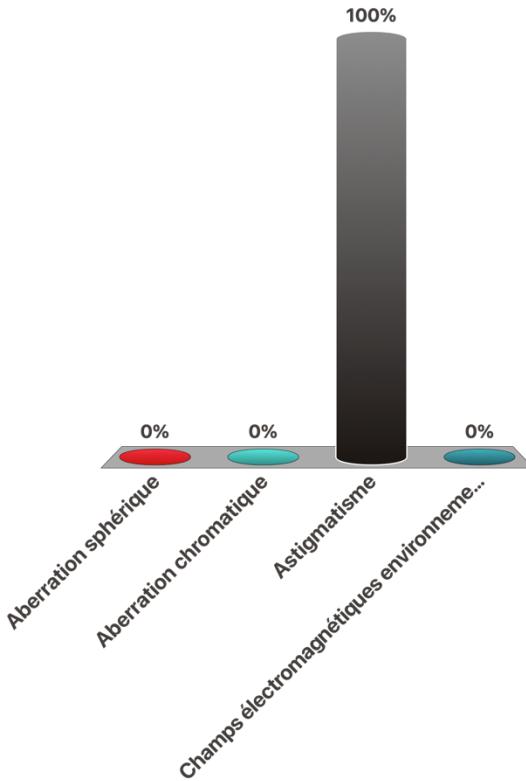
Low current configuration (Max. probe current 40 nA):

For high resolution investigations:

- 0.6 nm at 30 kV (STEM mode)
- 0.8 nm at 15 kV at optimal WD
- 1.4 nm at 1 kV at optimal WD
- 2.4 nm at 0.2 kV at optimal WD
- 3.0 nm at 20 kV at 10 nA @ WD = 8,5 mm

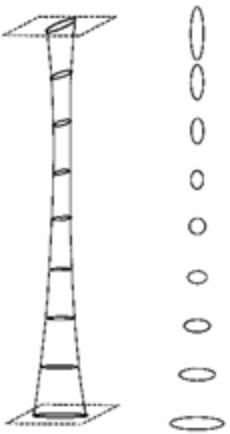
# Quelle aberration est facile à corriger?

- A. Aberration sphérique
- B. Aberration chromatique
- C. Astigmatisme
- D. Champs électromagnétiques environnementaux

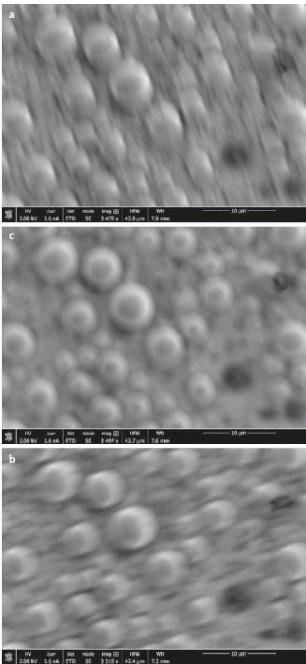


# Lentilles pour électrons: défauts

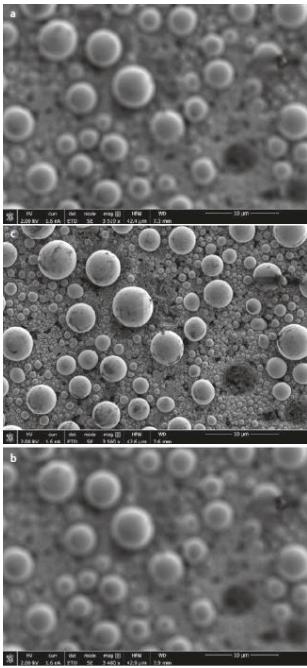
#### ■ Correcteur d'astigmatisme: stigmateurs



## With astigmatism

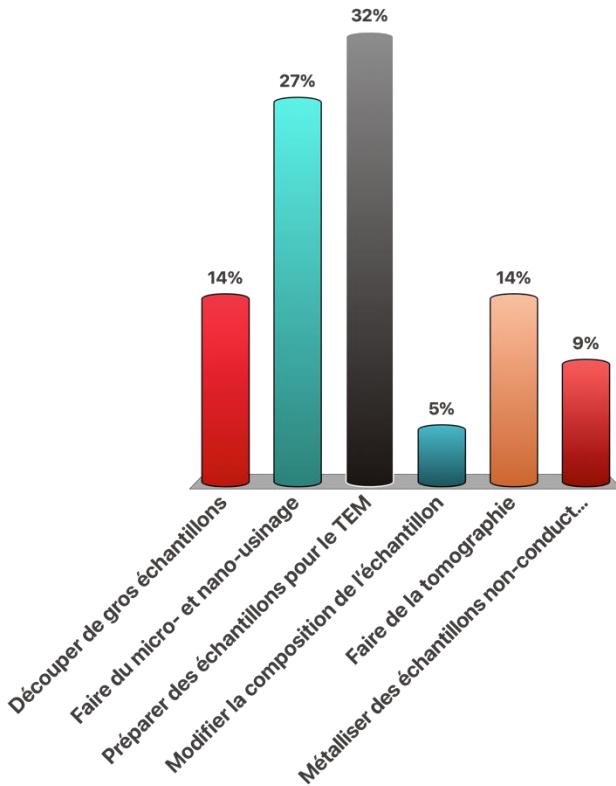


## Astigmatism corrected

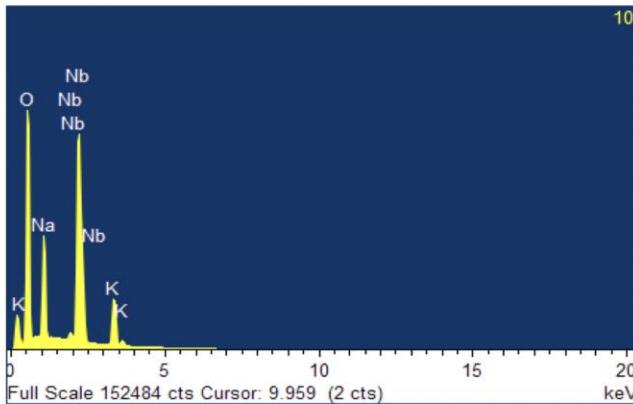
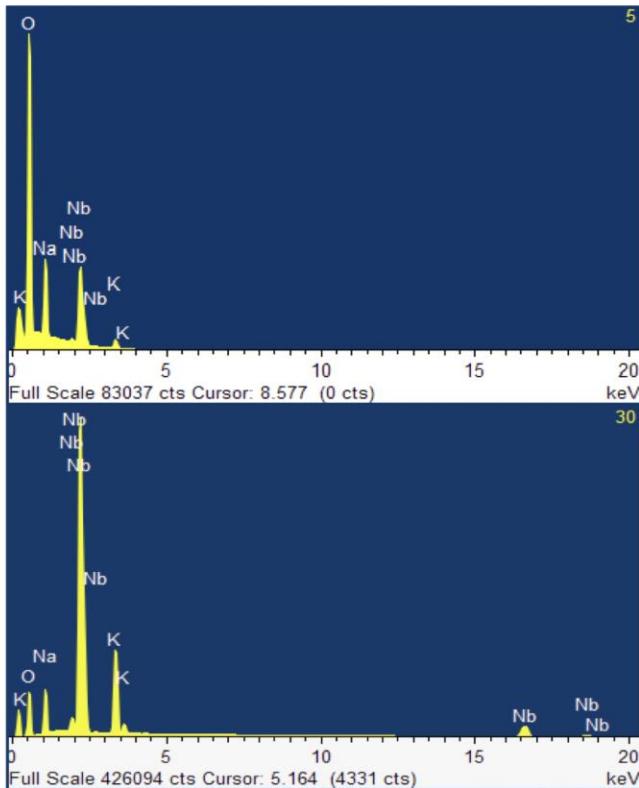


# Un FIB est utile pour...

- A. Découper de gros échantillons
- B. Faire du micro- et nano-usinage
- C. Préparer des échantillons pour le TEM
- D. Modifier la composition de l'échantillon
- E. Faire de la tomographie
- F. Métalliser des échantillons non-conducteurs

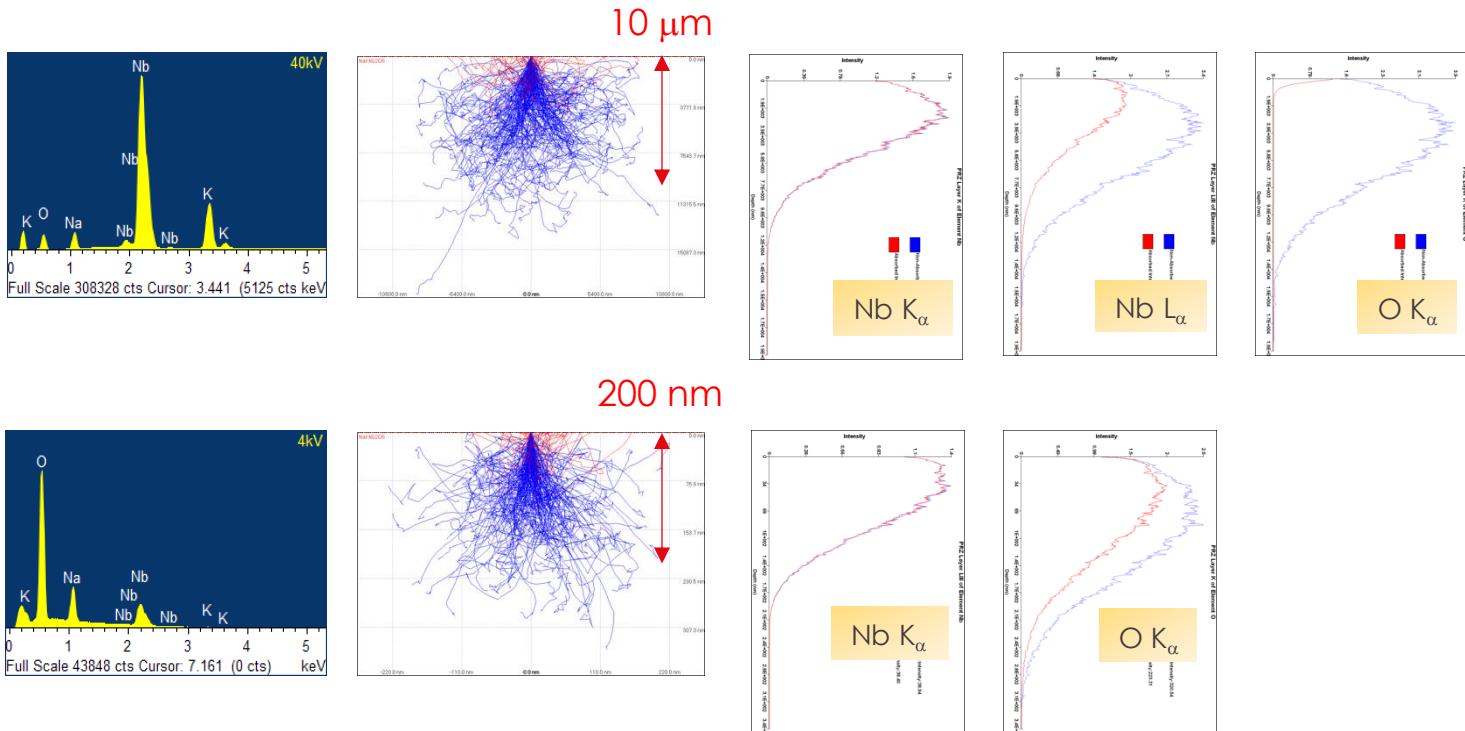


# Trois spectres EDS



*Spectres EDS pris à des tensions d'accélérations de a) 5 kV, b) 10 kV, c) 30 kV*

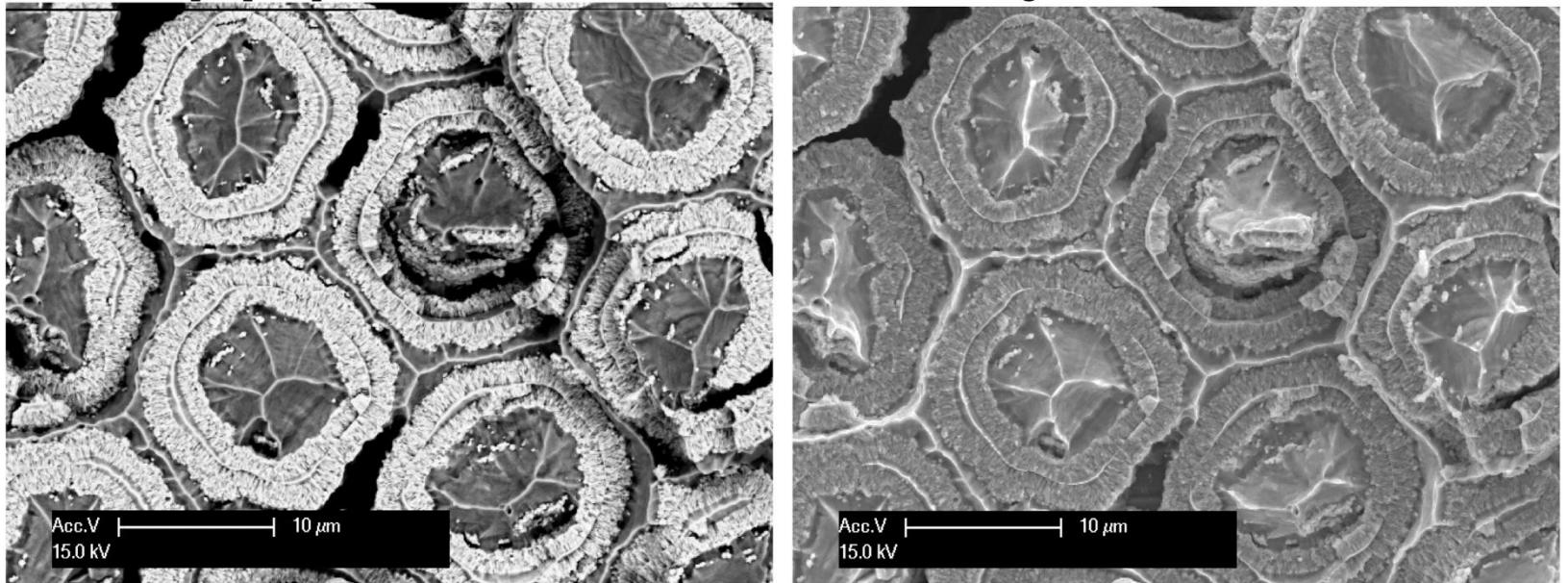
# Simulations Monte-Carlo avec CASINO



Réabsorption de l'oxygène et des L<sub>α</sub> du Nb pour le grand volumes d'interaction



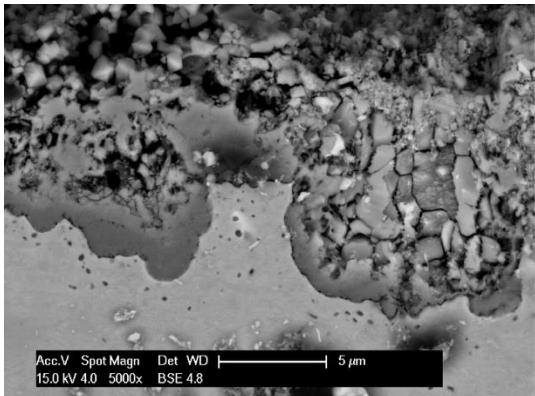
Il faut introduire des corrections!



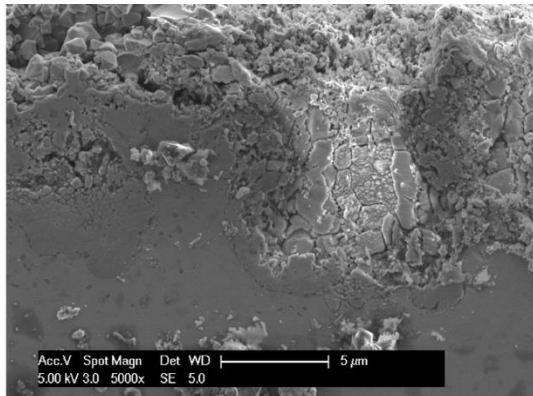
*Microographies SEM d'un échantillon de filaments supraconducteurs Nb<sub>3</sub>Sn.*

- 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