

The background of the slide is a high-magnification scanning electron micrograph (SEM) showing a dense, repeating pattern of small, rounded, and textured protrusions, resembling a micro-structured surface.

Introduction à la microscopie

Marco Cantoni
Aïcha Hessler-Wyser

CIME, PV-Lab

Sondage: responseware.eu

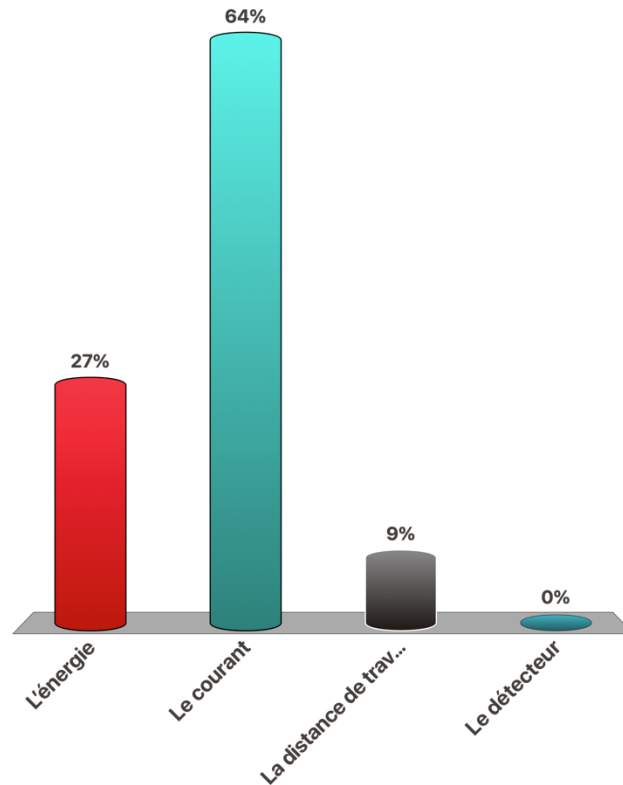
ID: intromicro

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

1	Quel paramètre a un impact sur la taille de sonde?	<ul style="list-style-type: none"> 1. L'énergie 2. Le courant 3. La distance de travail 4. Le détecteur 	
2	Quelle information obtient-on en détectant des RX?	<ul style="list-style-type: none"> 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 ?	<ul style="list-style-type: none"> 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?	<ul style="list-style-type: none"> 1. Il augmente avec $Z^{0.28}$ et est donc stable 2. Il diminue continuellement 3. Il augmente continuellement 	
5	Où sont produits les SE2?	<ul style="list-style-type: none"> 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	<ul style="list-style-type: none"> 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 	

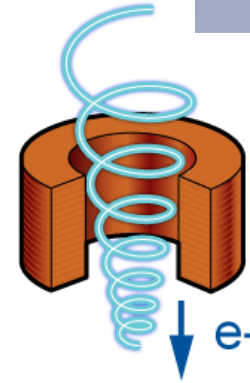
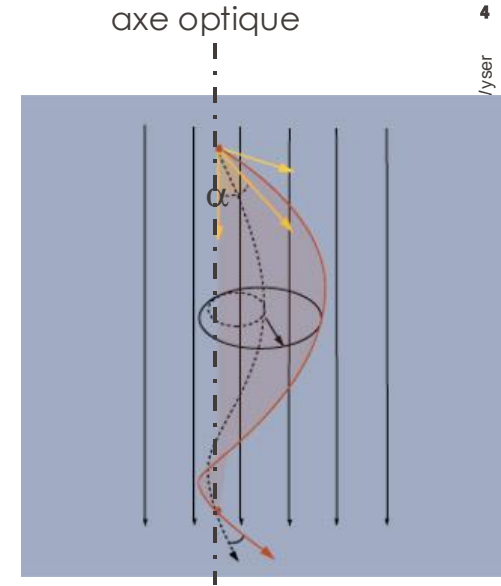
Quel paramètre a un impact sur la taille de sonde?

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



Lentilles pour électrons

- Champ homogène, α est petit
- Composante de $\mathbf{v} // \mathbf{B}$ 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, α 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

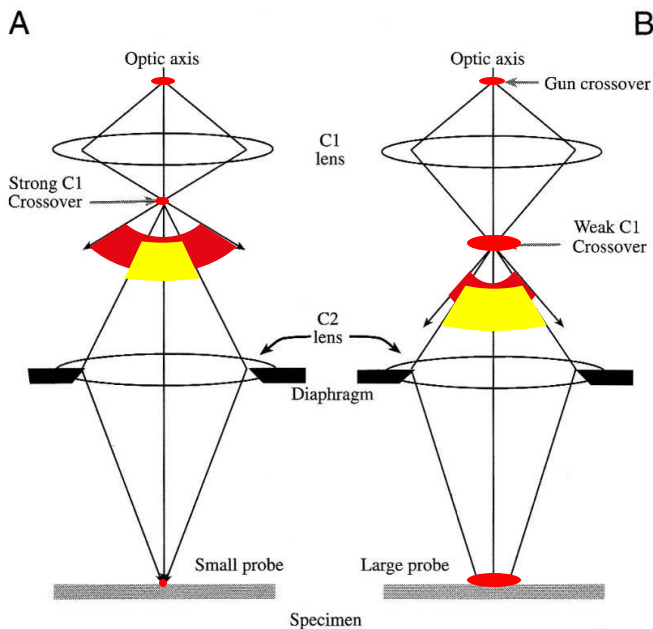
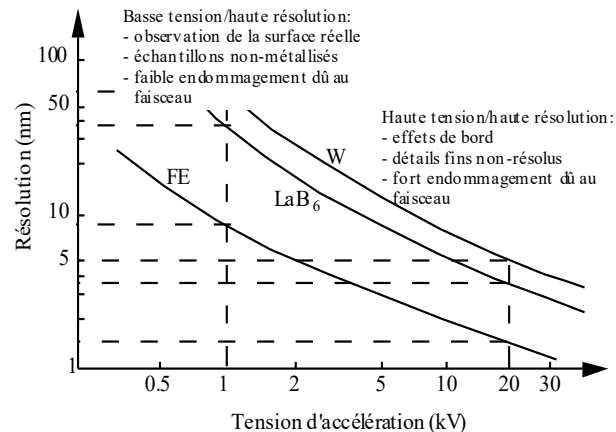


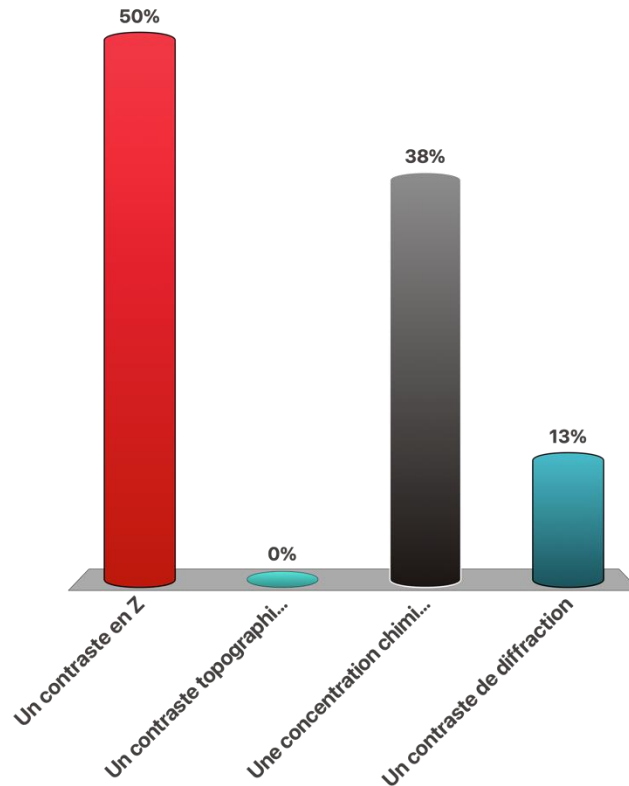
Figure 9.5. Effect of the C1 lens strength on probe size: a stronger C1 lens (A) results in greater demagnification by any subsequent lens (C2 or C3), giving a smaller electron beam at the specimen. A weaker lens (B) gives a broader probe.

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

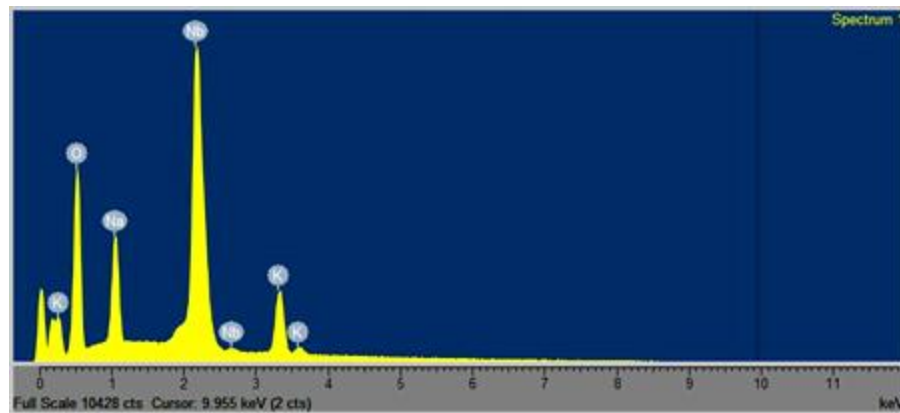
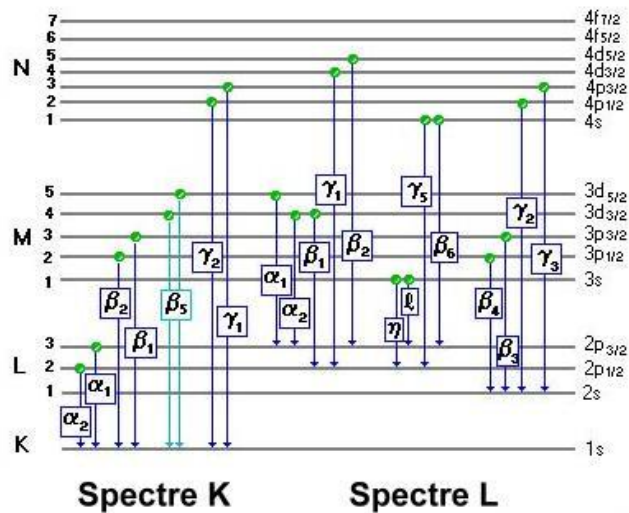


Quelle information obtient-on en détectant des Rayons X?

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

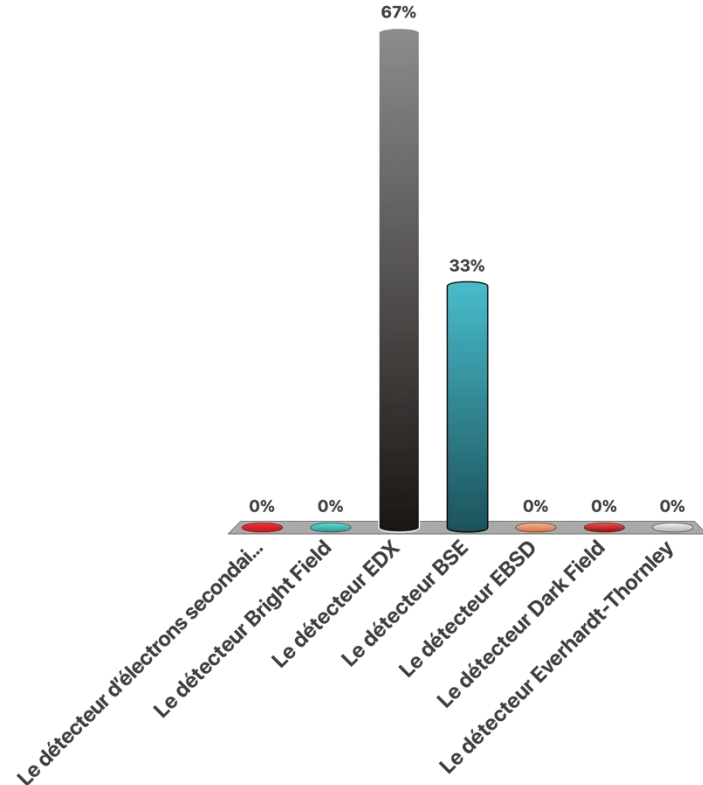


Quelle information obtient-on en détectant des Rayons X?



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



Contraste en Z à faible énergie

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

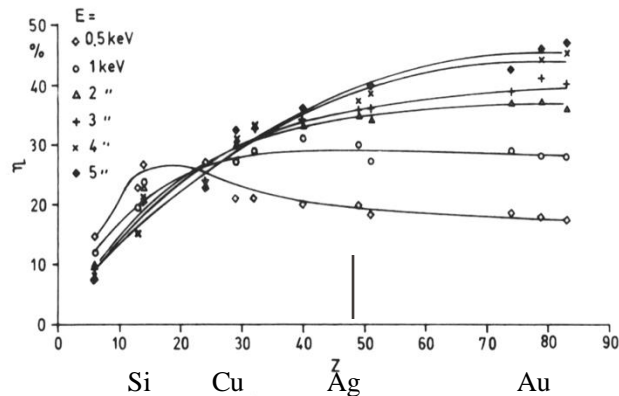
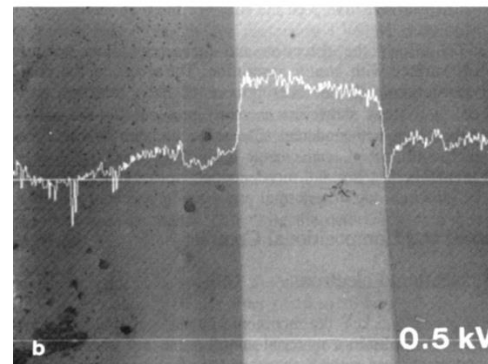
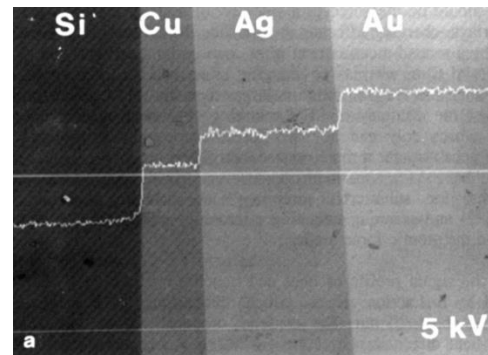


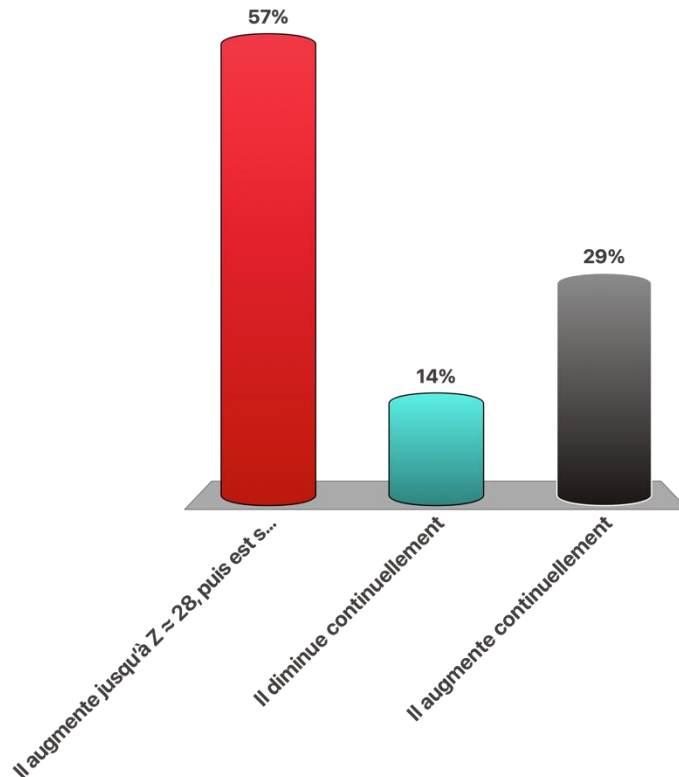
Fig. 4.1. Dependence of the backscattering coefficient η at normal incidence ($\phi=0$) on atomic number Z for different electron energies.



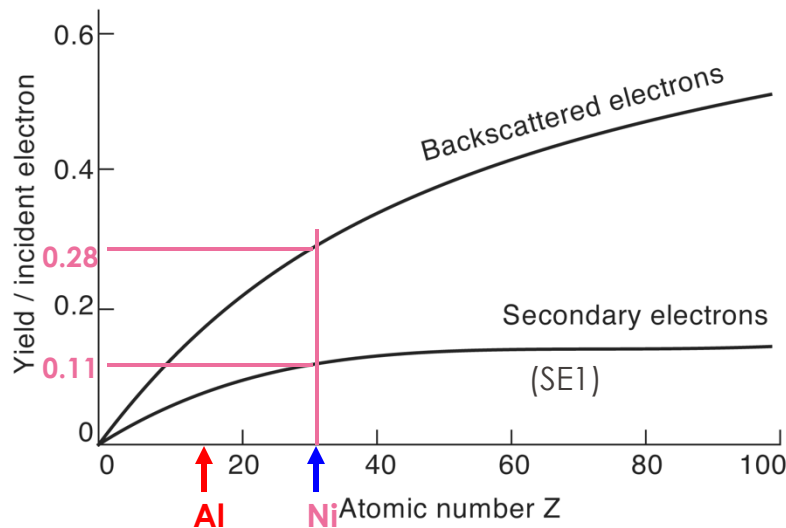
from L.Reimer, Image formation in low-voltage SEM

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 $0 \leq C \leq 1$

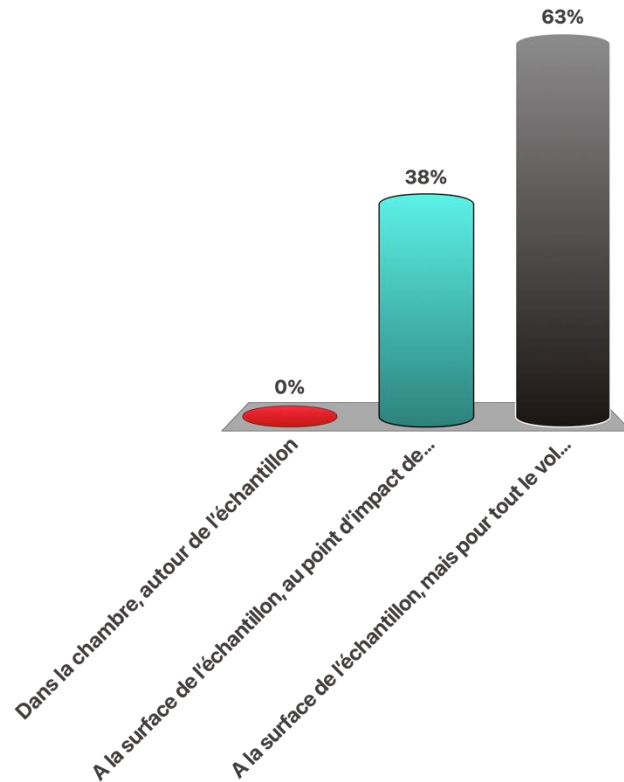
BSE: contraste « chimique » pour tous les éléments (sensibilité $\approx Z=0.5$)

avec I_0 l'intensité du faisceau incident, η la proportion de BSE

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

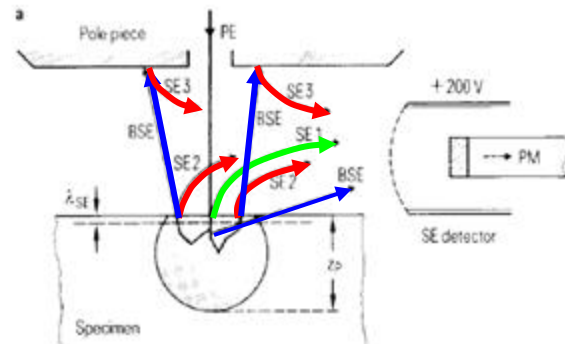
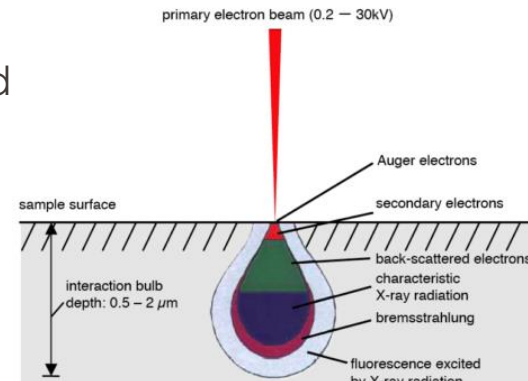
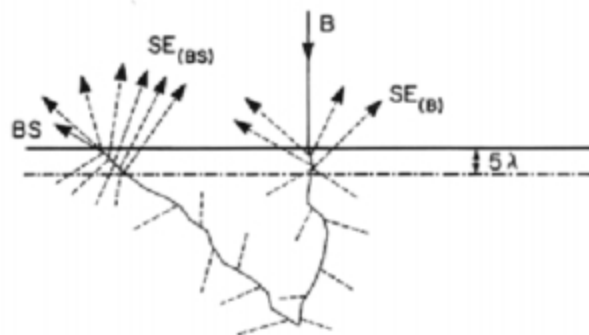
Où sont produits les SE2?

- 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



■ Divers types d'électrons secondaires

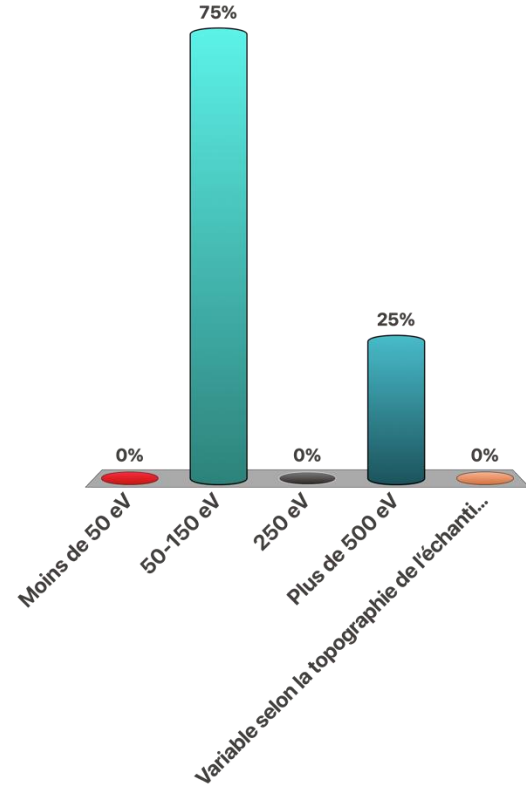
- **SE1**: é secondaires provenant d faisceau incident
- **SE2**: **BSE** quittant l'échantillon
- **SE3**: **BSE** arrivant sur l'environnement



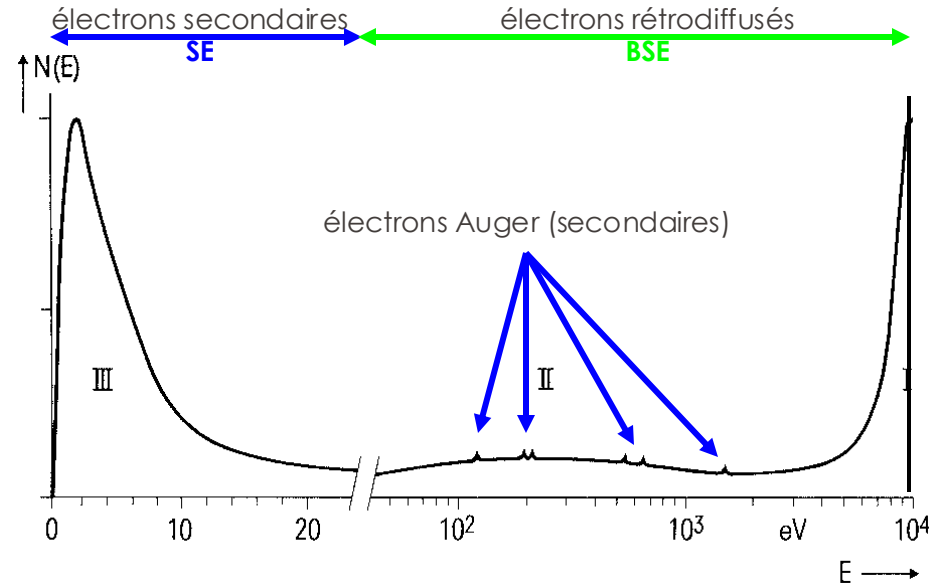
(from L. Reimer, Scanning Electron Microscopy)

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

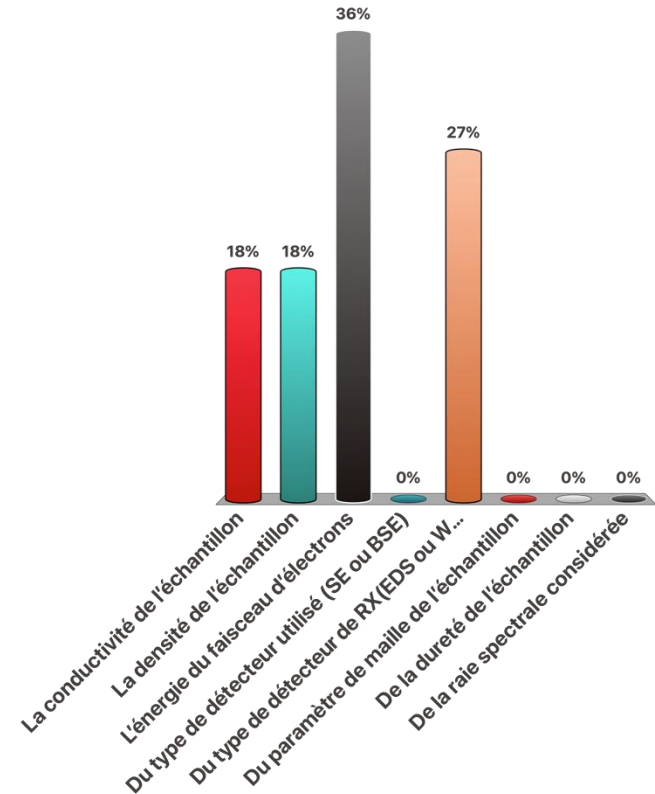


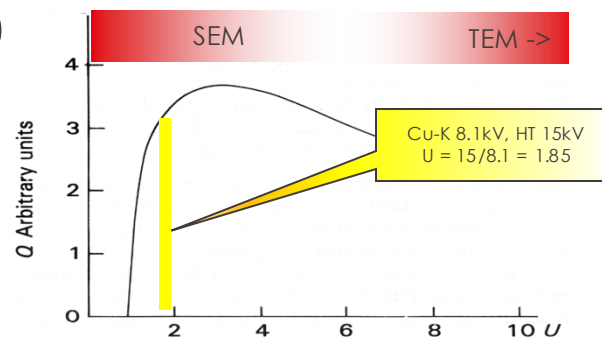
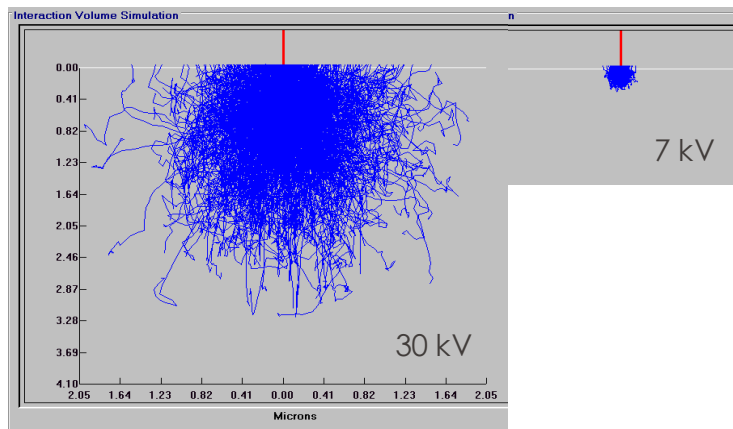
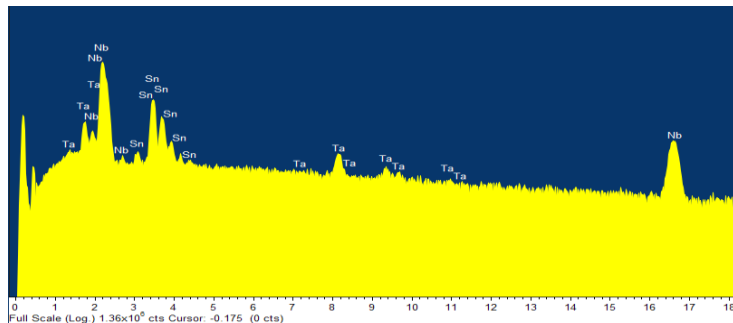
- Spectre d'énergie des électrons sortants



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

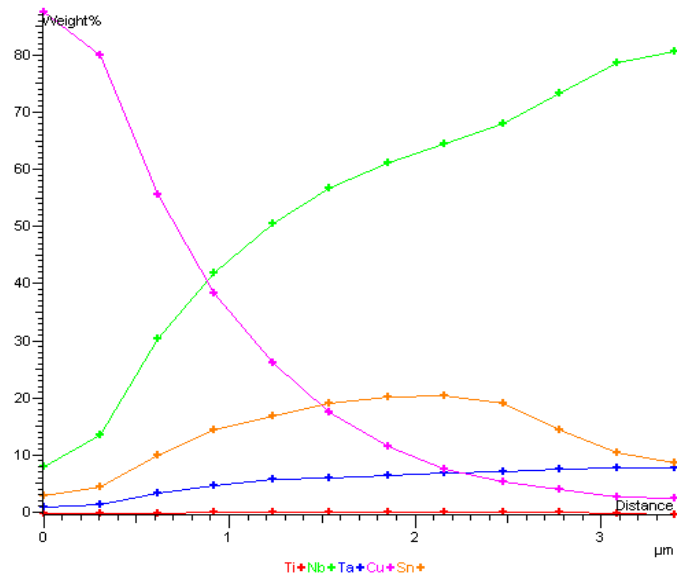
- A. La conductivité de l'échantillon
- B. La densité de l'échantillon
- C. L'énergie du faisceau d'électrons
- D. Du type de détecteur utilisé (SE ou BSE)
- E. Du type de détecteur de RX (EDS ou WDS)
- F. Du paramètre de maille de l'échantillon
- G. De la dureté de l'échantillon
- H. De la raie spectrale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



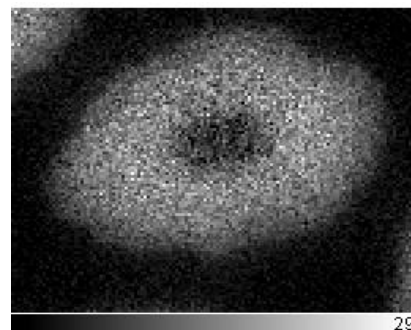


- Nb $K_{\alpha 1}$ 16,6 keV
- Ta $L_{\alpha 1}$ 8.14 keV
- Cu $K_{\alpha 1}$ 8.1 keV
- Sn $K_{\alpha 1}$ 25.2 keV
- Nb $L_{\alpha 1}$ 2.14 keV
- Ta $M_{\alpha 1}$ 1.71 keV
- Cu $L_{\alpha 1}$ 0.93 keV
- Sn $L_{\alpha 1}$ 3.44 keV

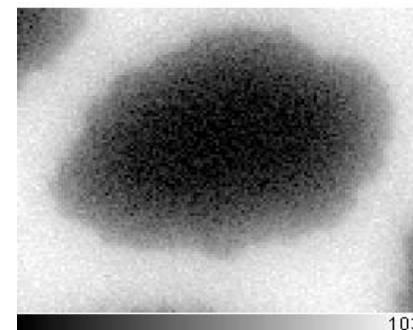
Pour ioniser les atomes de l'échantillon, les électrons incidents DOIVENT avoir une énergie supérieure au niveau des couches internes $U > 1$. Pour que cela soit efficace, il faut avoir environ deux fois le seuil d'énergie d'ionisation $U > 2$.

3 μm

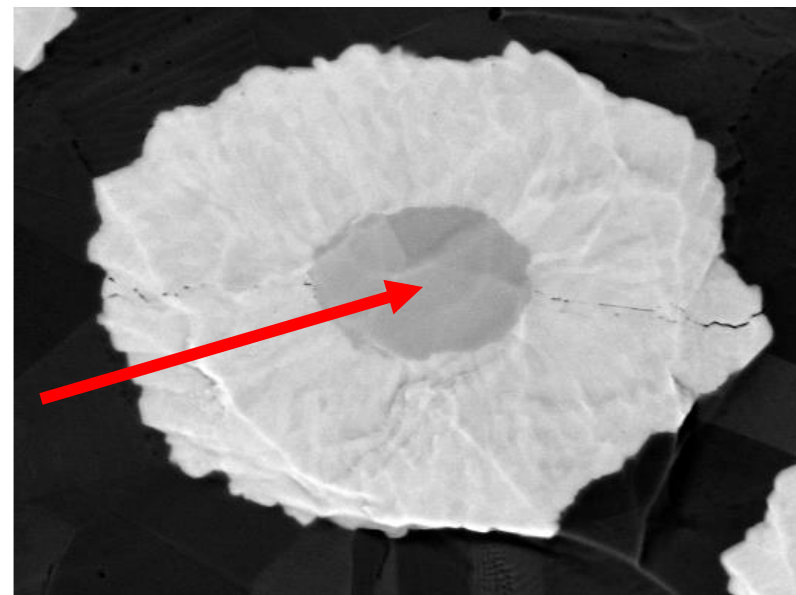
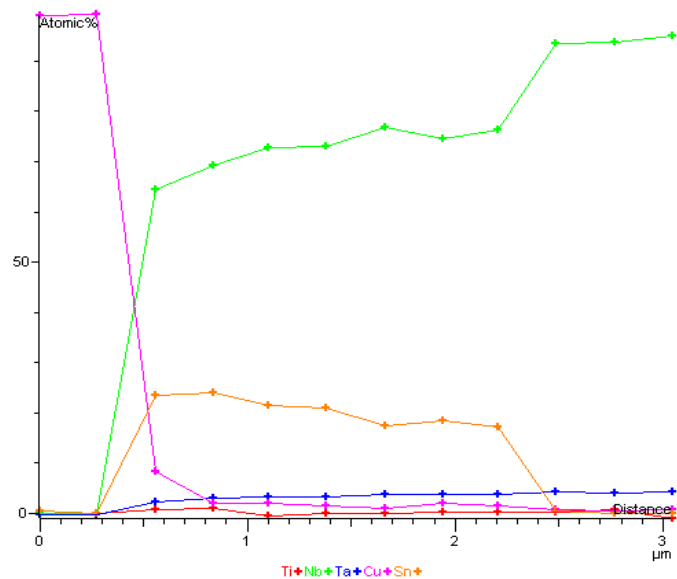
Electron Image 1



Sn L_SERIES

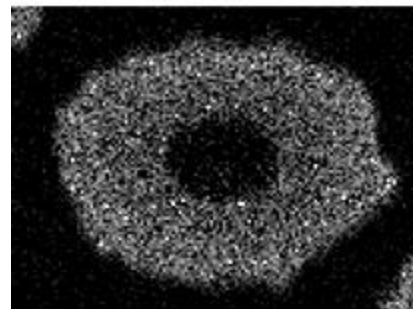


Cu L_SERIES



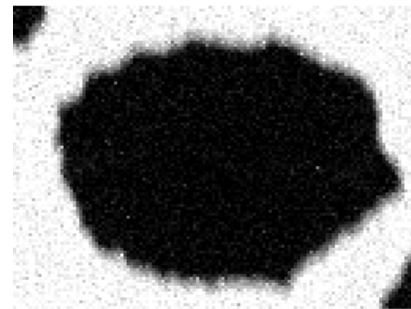
3μm

Electron Image 1



Sn L_SERIES

236

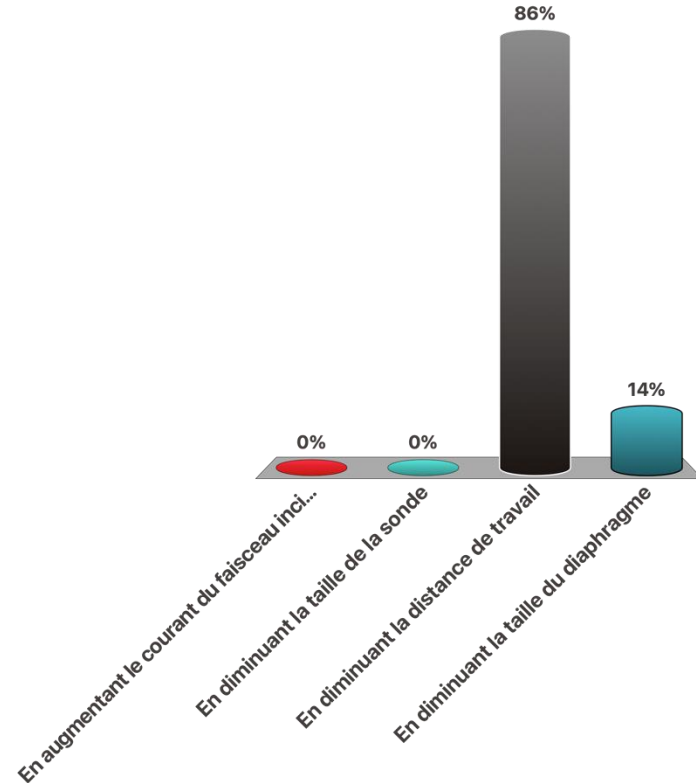


Cu L_SERIES

207

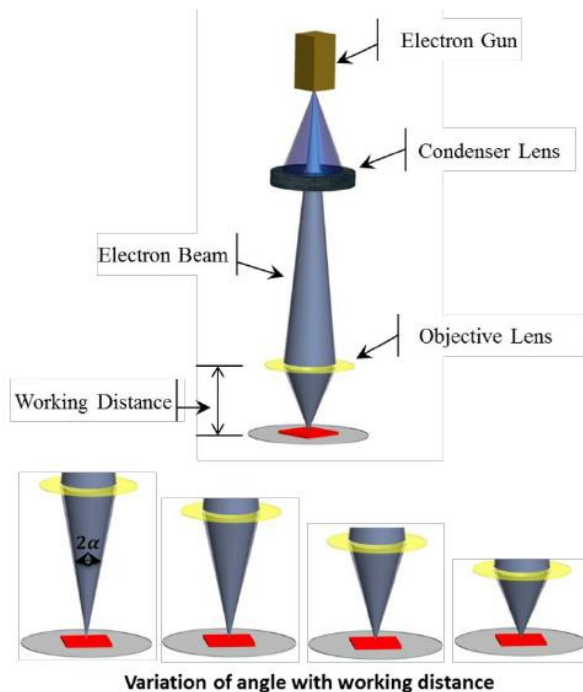
Comment diminuer la profondeur de champ en SEM?

- 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

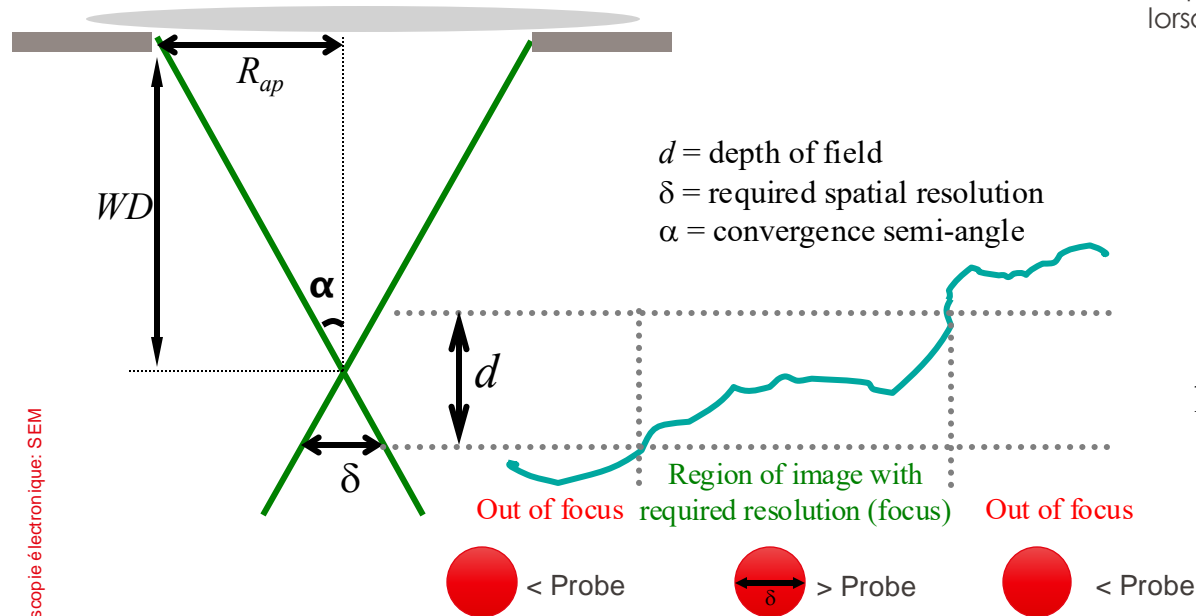


La profondeur de champ augmente lorsque α diminue

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

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

- Profondeur de champ en fonction de d_{sonde}



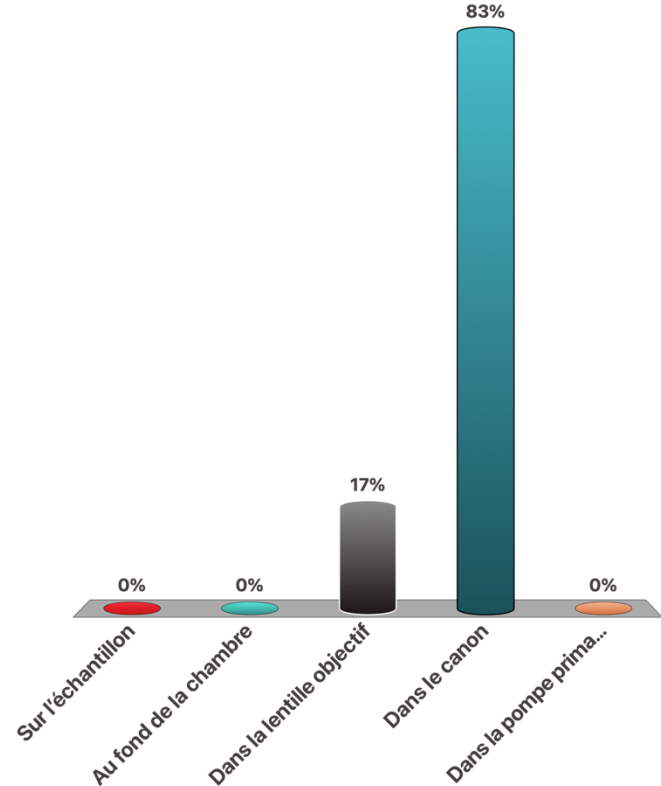
La profondeur de champ augmente lorsque α diminue

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

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

EPFL 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

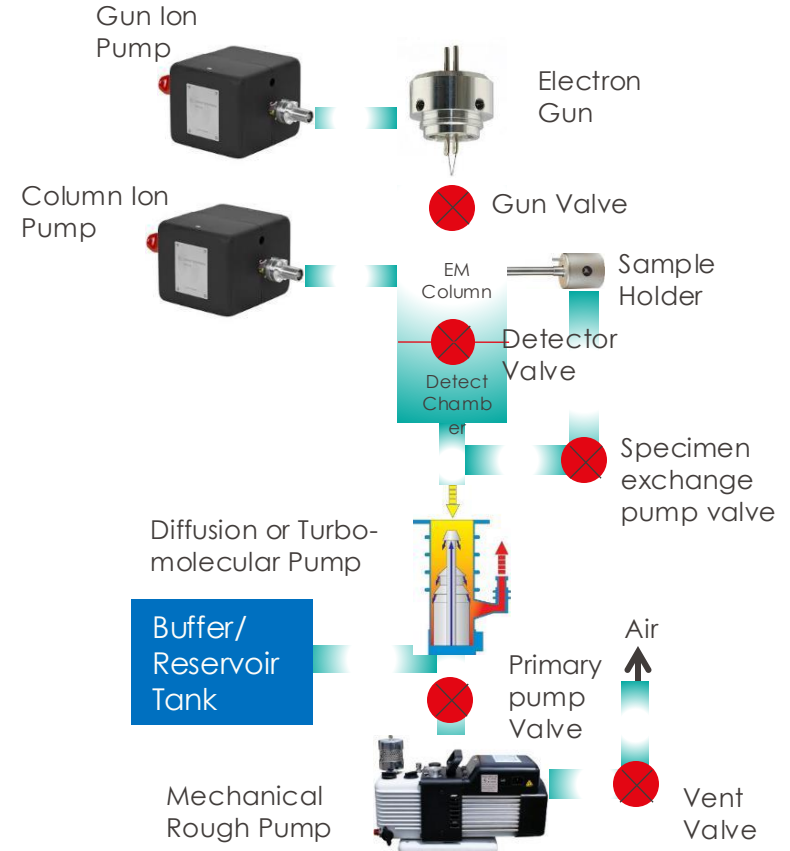


Système de pompage

- 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

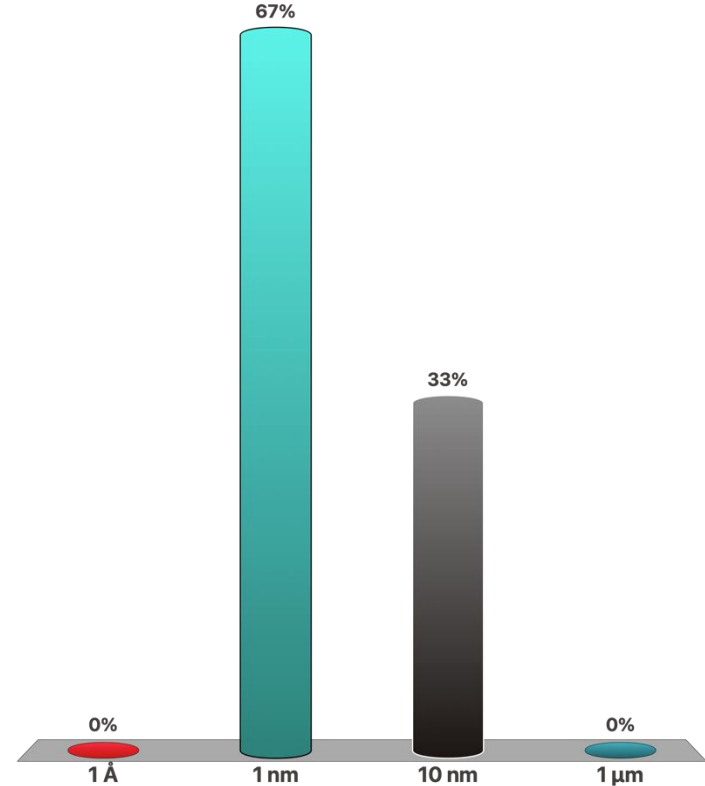
$$1 \text{ atm} = 10^5 \text{ Pa}$$

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



EPFL 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

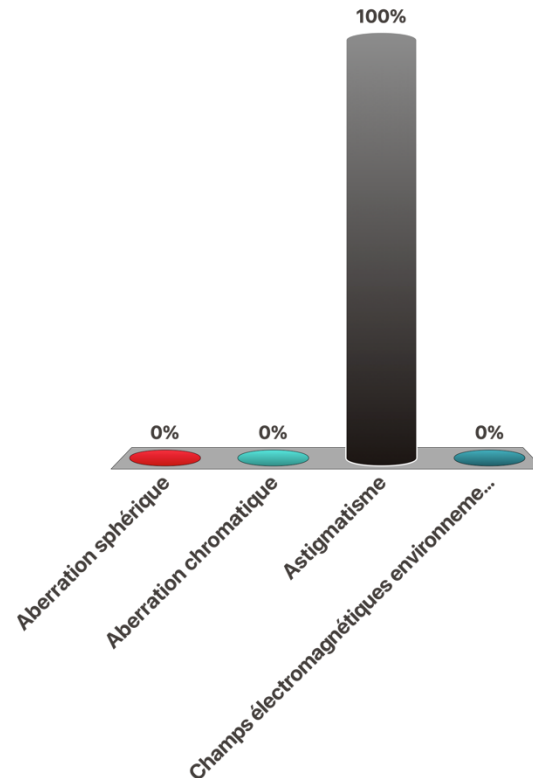
Low current configuration (Max. probe current 40 nA):

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?

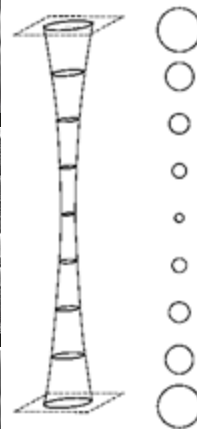
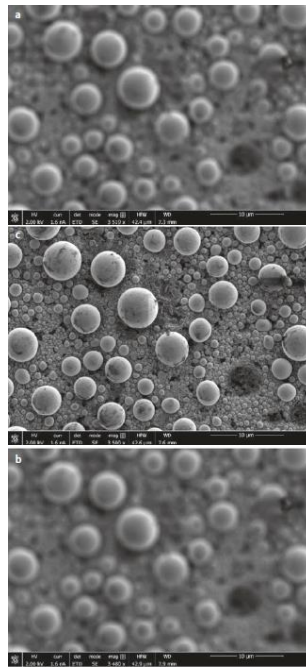
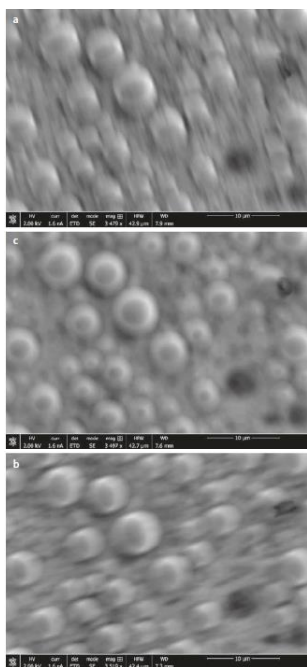
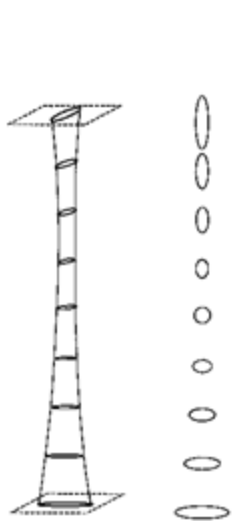
- A. Aberration sphérique
- B. Aberration chromatique
- C. Astigmatisme
- D. Champs électromagnétiques environnementaux



■ Correcteur d'astigmatisme: stigmatiseurs

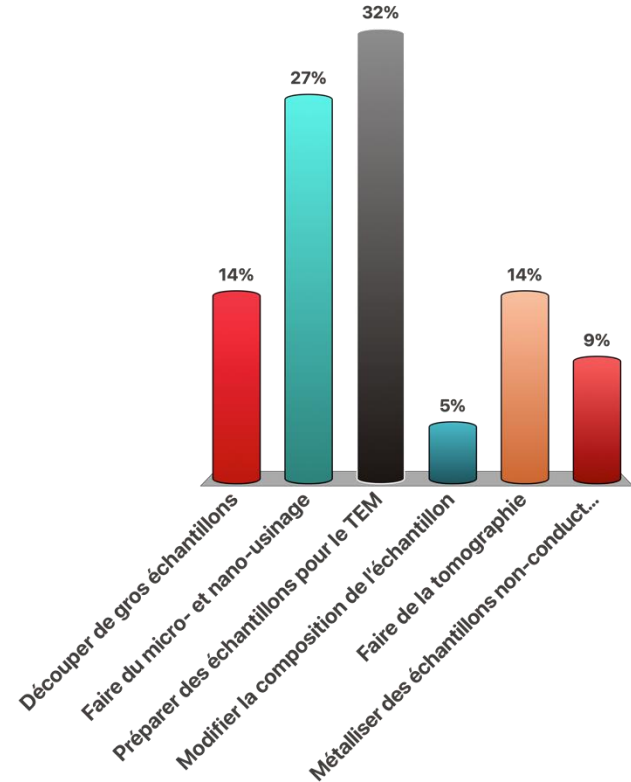
With astigmatism

Astigmatism corrected

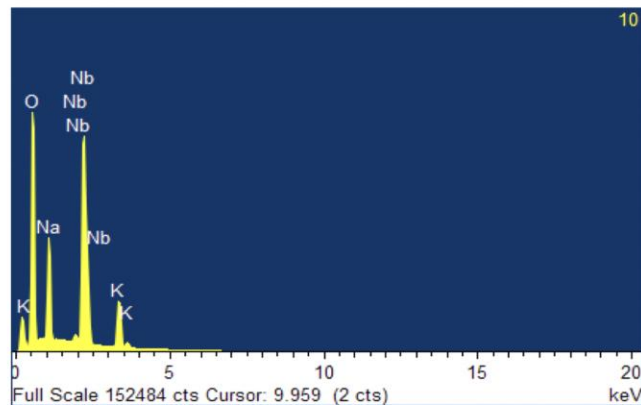
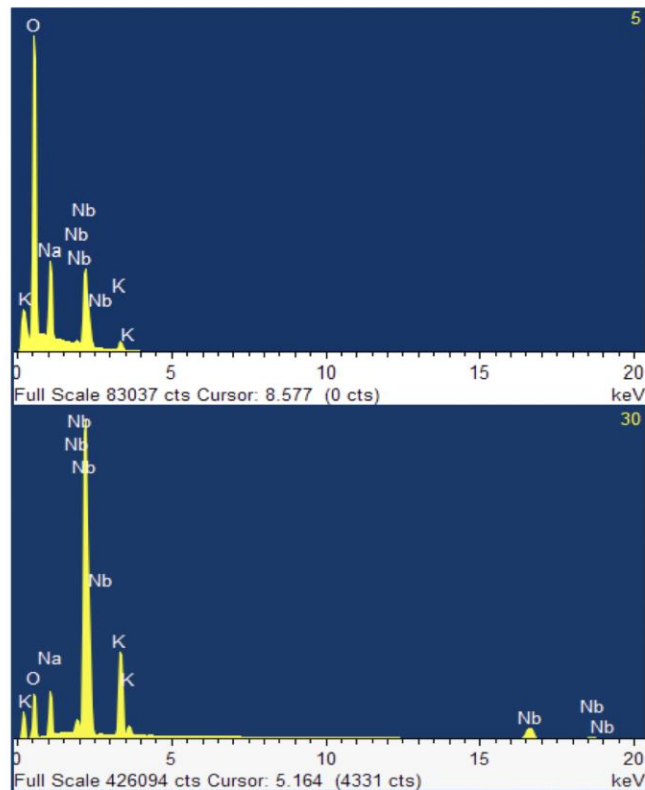


Un FIB est utile pour...

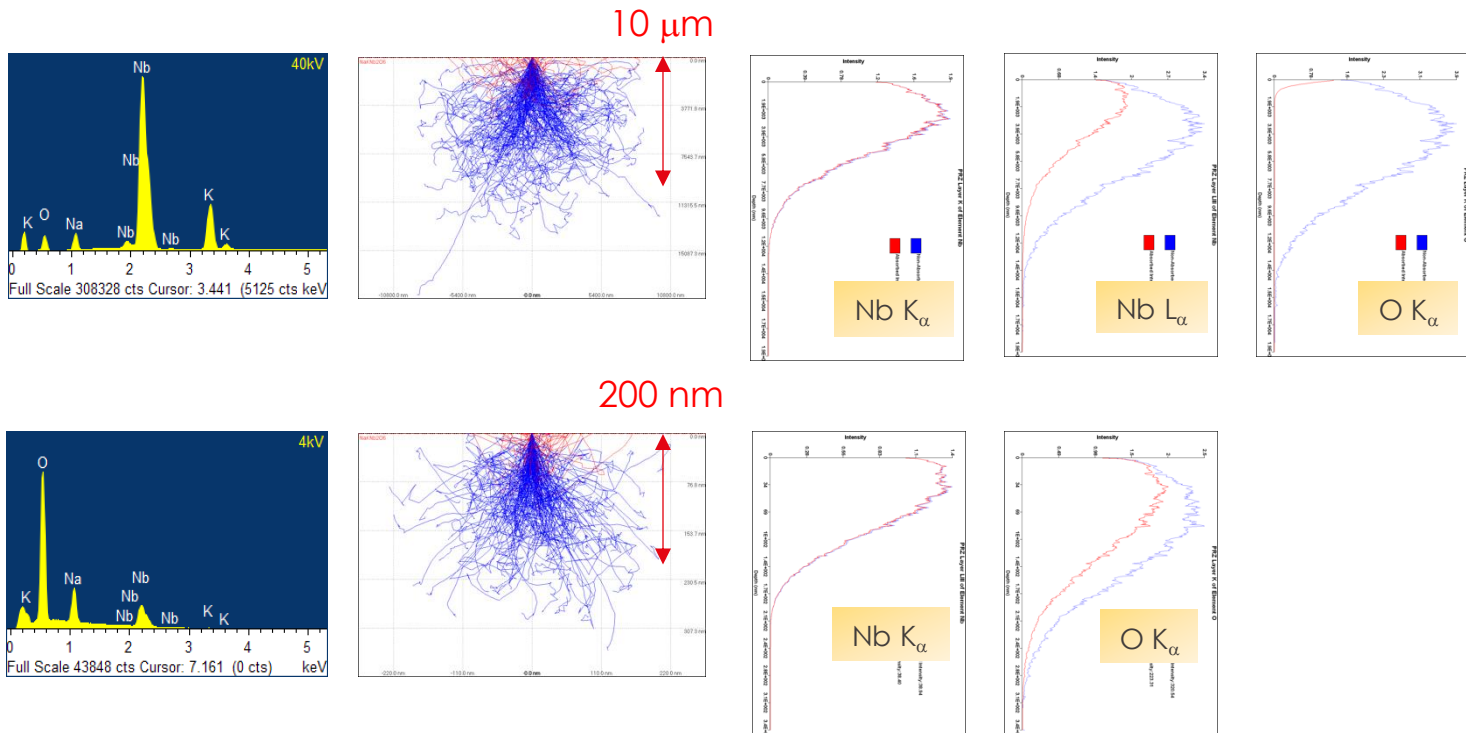
- A. Découper de gros échantillons
- B. Faire du micro- et nano-usinage
- C. Préparer des échantillons pour le TEM
- D. Modifier la composition de l'échantillon
- E. Faire de la tomographie
- F. Métalliser des échantillons non-conducteurs



Trois spectres EDS



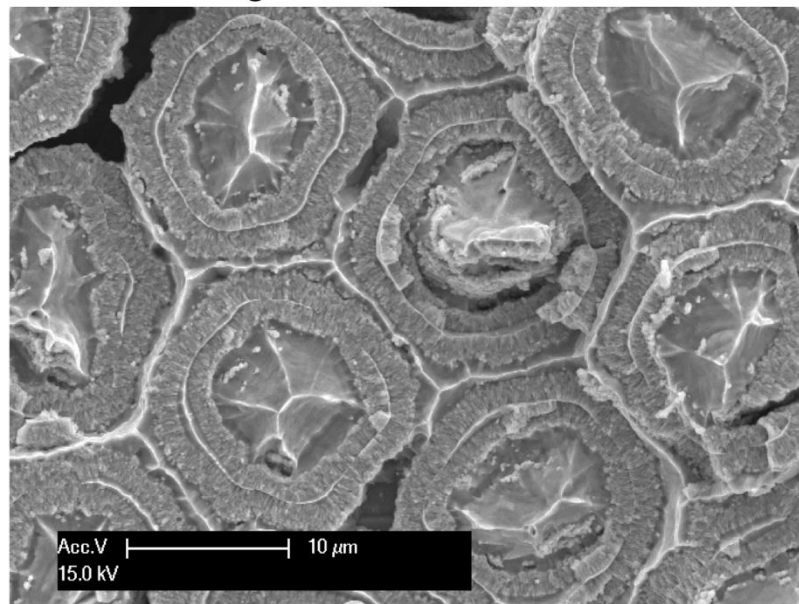
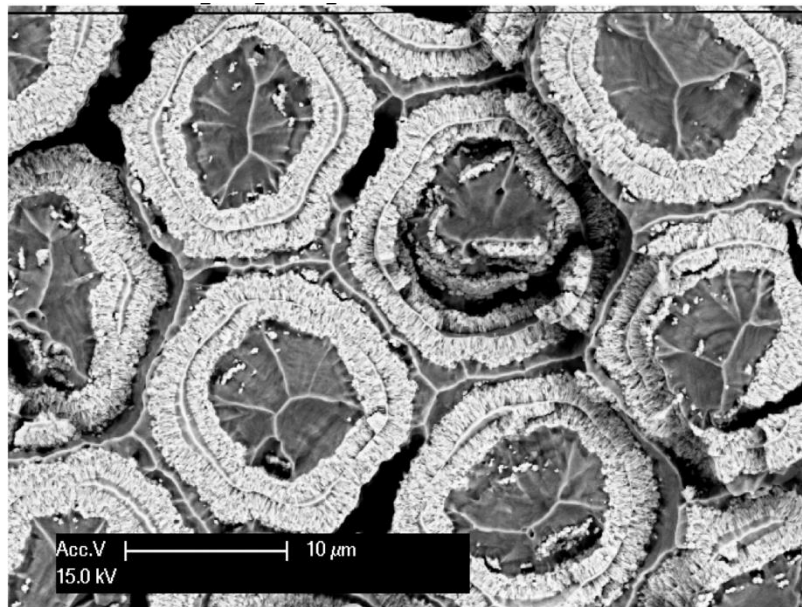
Spectres EDS pris à des tensions d'accélération de a) 5 kV, b) 10 kV, c) 30 kV



Réabsorption de l'oxygène et des L_{α} du Nb pour le grand volumes d'interaction



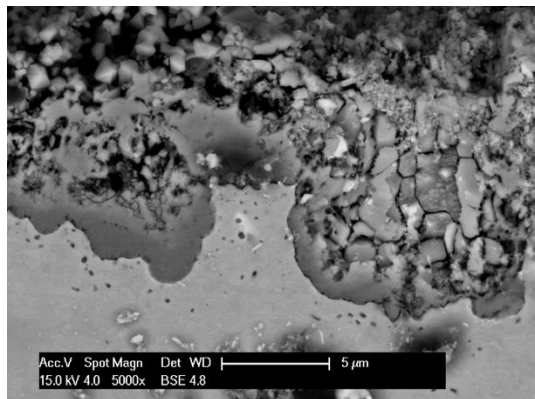
Il faut introduire des corrections!



Micrographies SEM d'un échantillon de filaments supraconducteurs Nb₃Sn.

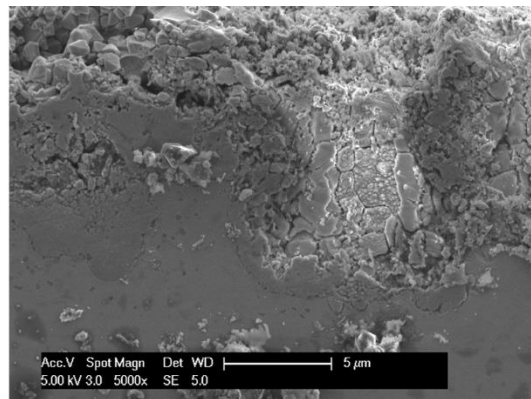
- Comparaison SE et BSE

Contraste en Z



Détecteur d'électrons rétrodiffusés

Contraste topographique



Détecteur d'électrons secondaires

Interconnects en aciers utilisés dans des piles à combustible après usage