

# Techniques de caractérisation électrique des matériaux diélectriques sous irradiation électronique dans le MEB applications

Sébastien Rondot et Omar Jbara

**G**roupe de **R**echerche **E**n **S**ciences **P**our l'**I**ngénieur EA4301

Université de Reims – UFR Sciences Exactes et Naturelles – BP1039 – 51687 REIMS cedex 2

# I - INTRODUCTION

## Analyse des matériaux isolants électriques par Microscopie électronique

=> Différents Problèmes liés aux effets de charge :

- Principaux effets :

- Distorsion de l'image en électrons secondaires (**image instable**)

- Signal des électrons secondaires mis en exergue localement

=> **faux contraste dû aux effets de charge**

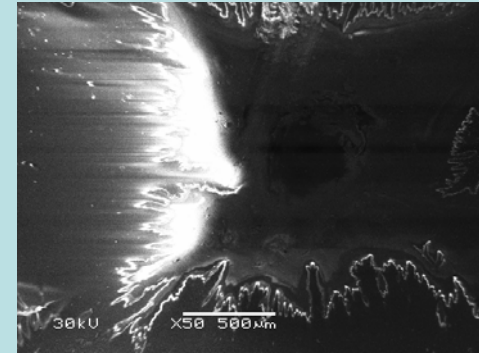


Image secondaire du PMMA

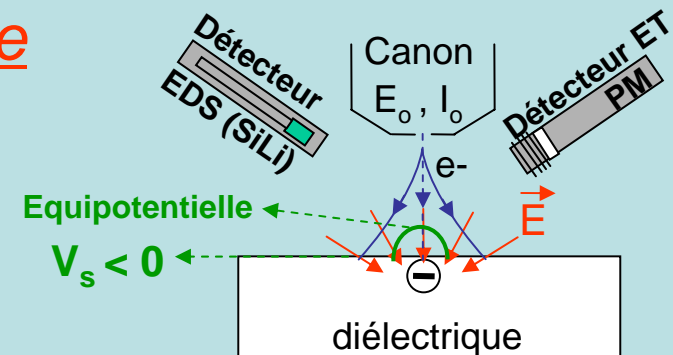
- Cause : Piégeage d'une charge négative

=> Potentiel de surface  $V_s < 0$

=> un champ électrique externe  $\vec{E}$  qui provoque :

- la déflexion du faisceau d'électrons primaires

- le ralentissement des électrons primaires de  $E_0$  à  $(E_0 - eV_s)$



## 2 approches possibles pour l'étude des isolants électriques irradié dans le MEB

- Première approche : chercher à améliorer la qualité des images

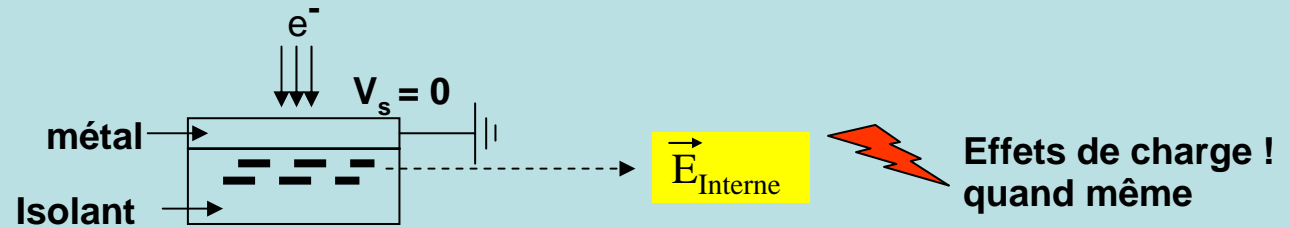
### Solutions très connues pour analyser les isolants en MEB :

- **Utiliser une faible tension d'accélération (quelques kV)**  
=> "range" proche de la profondeur d'échappement des  $e^-$  secondaires (recombinaisons)  
**Ou LVSEM , ESEM**

Mais la résolution latérale des images est détériorée !

- **Ou métalliser la surface de l'échantillon (quelques 100 Å)**  
=> l'émission électronique secondaire provient du dépôt métallique (relié à la masse)  
Mais présence d'un champ électrique interne induit par la charge piégée

Isolants recouverts



Observation MEB possible mais analyse X erronée car modification des signaux X émis :

modification des interactions électron - matière et modification chimique

- **Deuxième approche :**

**exploiter les effets de charge pour caractériser les matériaux diélectriques**

**=> Développement de dispositifs (détecteur, porte objet spécifique)**

**et de méthodes pour la mesure dynamique dans le MEB :**

- **Du potentiel de surface  $V_s$**
- **De la charge d'espace piégée  $Q$  dans le matériau**

**Objectifs : Comprendre et modéliser**

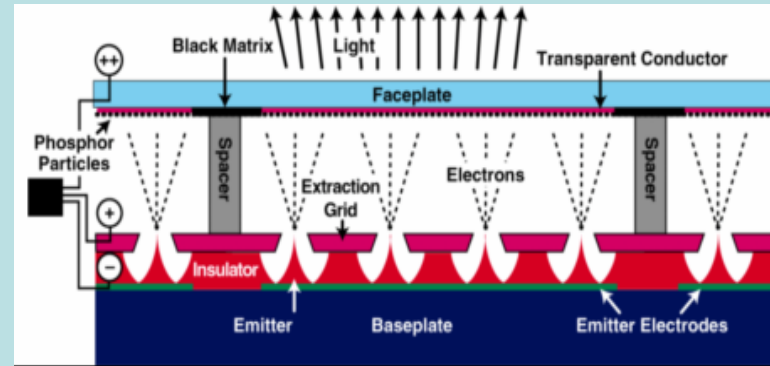
- **les mécanismes de régulation de la charge des diélectriques irradiés**
- **les phénomènes de relaxation de la charge piégée (décharge)**

# INTERETS / APPLICATIONS

## ELECTROTECHNIQUE



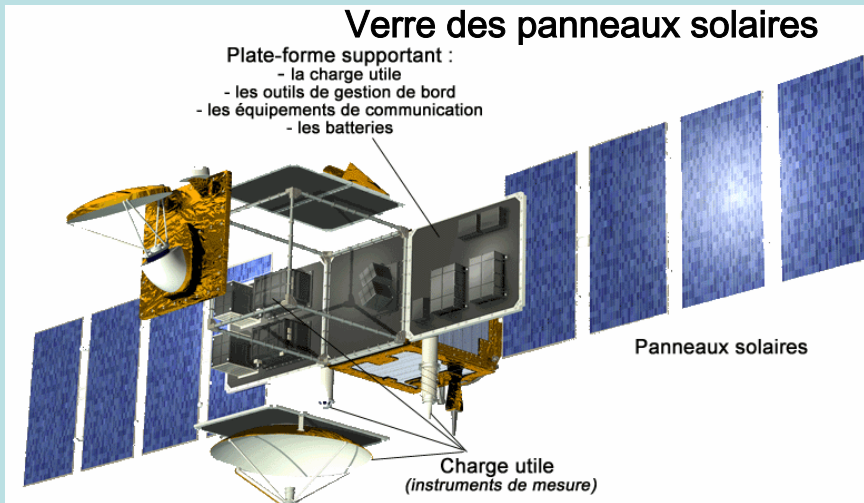
## INDUSTRIE DU VERRE



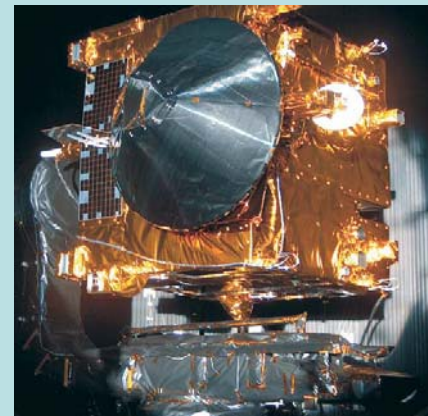
Espaceurs des écrans plats

## AEROSPATIALE : Pb du vent solaire ( $0 < E < 20 \text{ keV}$ )

### Verre des panneaux solaires



Physionomie du satellite d'altimétrie JASON-1. Crédits : CNES



Couverture thermique (polymère : Kapton®)

## INTERET D'UN MEB POUR ETUDIER LES MATERIAUX DIELECTRIQUES ?

- injection de charges sans contact (sans electrode)
- Réglage de  $E_0$  et  $I_0$  : Contrôle des paramètres d'injection (profondeur, dose ( $e^-/cm^2$  etc.)
- Utilisation des accessoires classiques du MEB :  
détecteur ET , détecteur X (SiLi)

Et possibilité de rajouter d'autres dispositifs :  
(Porte échantillon spécifique, spectromètre électronique adapté dans la chambre objet)

- Possibilité de mettre en oeuvre simultanément plusieurs techniques de mesure

## II – Méthodes et dispositifs de caractérisation des matériaux diélectriques dans le MEB

1. Limite de Duane Hunt (DHLM) + Spectromètre EDS
2. Méthode “miroir” (SEMM) + Détecteur E.T.
3. Spectrométrie électronique (ETS) + Spectromètre toroïdal  
(E.I. Rau Université de Moscou)
4. Méthode utilisant la déflexion du faisceau + Carte d’acquisition  
video de l’image  
électronique secondaire
5. Méthode d’influence électrostatique (EIM) + porte objet spécifique

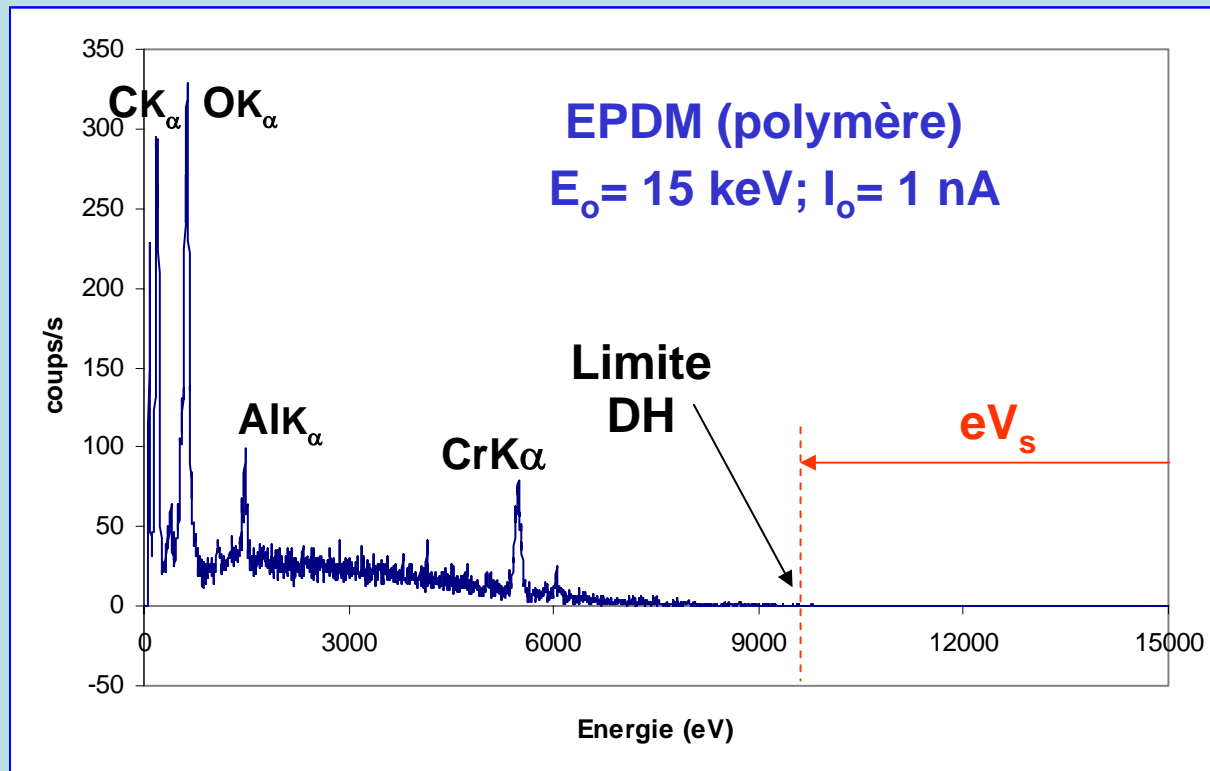
## II – 1. Limite de Duane Hunt : mesure du potentiel de surface $V_s$

Charge piégée dans un diélectrique  $\Rightarrow$  champ  $\vec{E}$  externe et  $V_s \Rightarrow$  ralentissement  $e^-$  primaires

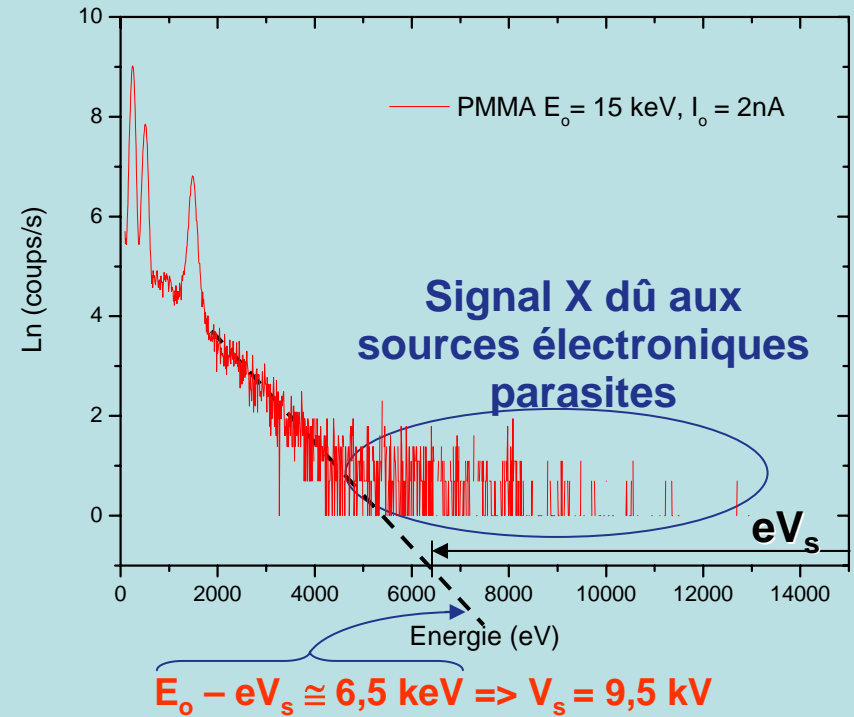
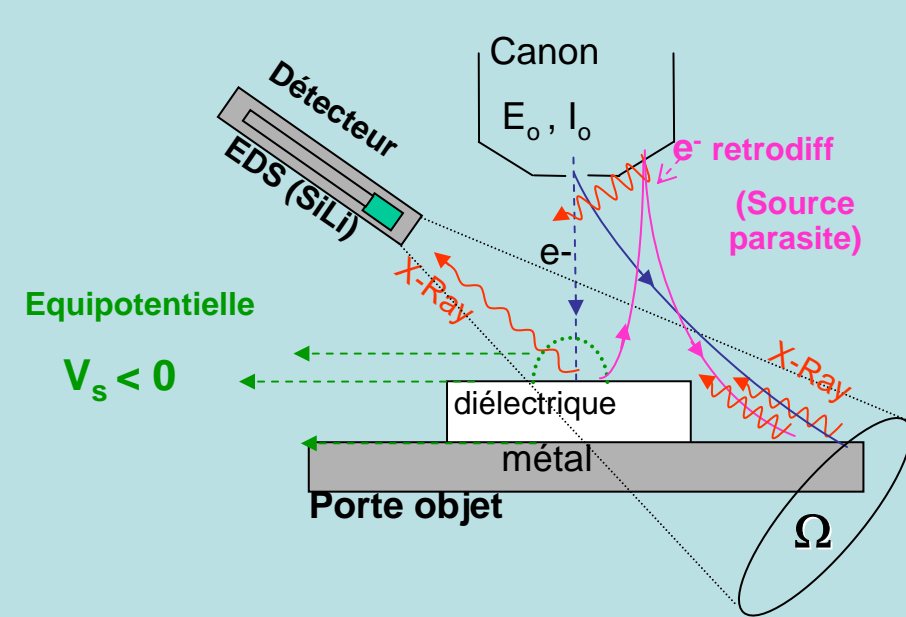
$\Rightarrow$  L'énergie des  $e^-$  primaires diminue de  $E_0$  à  $(E_0 - eV_s)$

$\Rightarrow$  Energie maximum des photons X émis :  $(E_0 - eV_s)$  au lieu de  $E_0$

Détecteur Si(Li)



# INFLUENCE DES SOURCES PARASITES



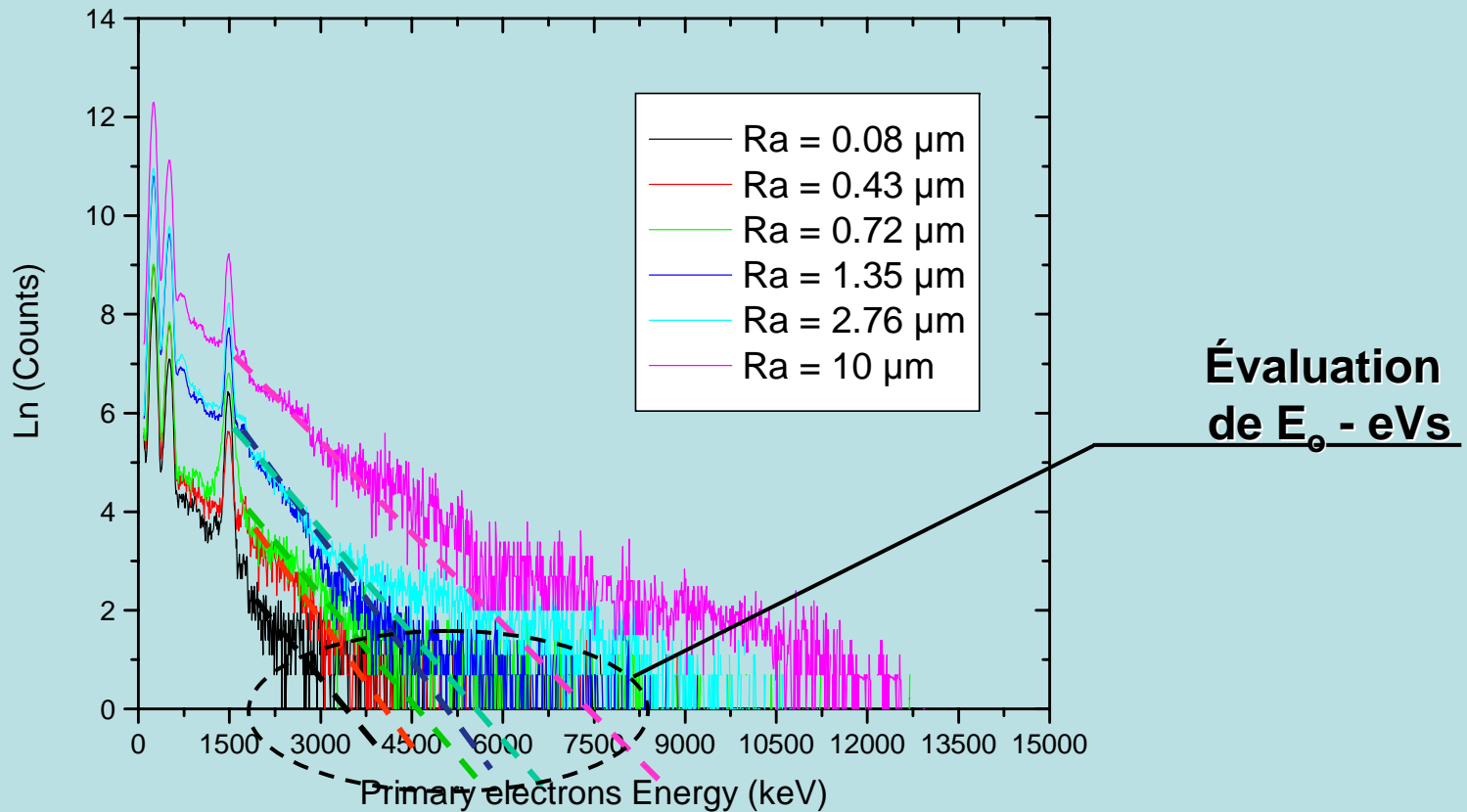
## Précautions

- 1 ATTENDRE QUE LE POTENTIEL DE SURFACE SOIT STABILISE (dans le temps).
- 2 EVITER DE COLLECTER LES EMISSIONS PARASITES (carbone sur les pièces polaires par exemple)
- 3 EXPRIMER LES INTENSITES EN ECHELLE Log

**Si ces précautions élémentaires ne sont pas respectées : DH trop élevées  $\Rightarrow V_s$  trop faibles**

## APPLICATION :

### Evolution de $V_s$ sur des échantillons de PMMA en fonction de la rugosité



**Le potentiel de surface diminue quand la rugosité augmente**

**$\Leftarrow$  la charge piégée diminue à cause de l'augmentation de l'émission électronique secondaire avec la rugosité de surface ?**

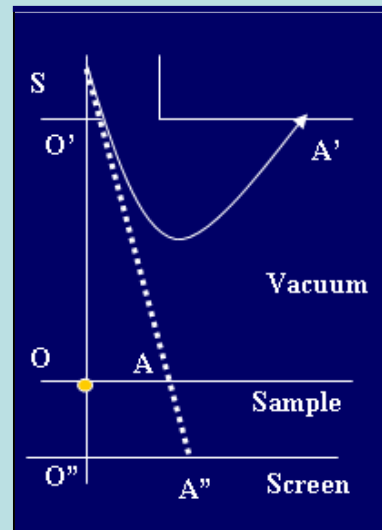
## II – 2. Mesure du potentiel de surface par la méthode miroir

### Principe : 2 phases

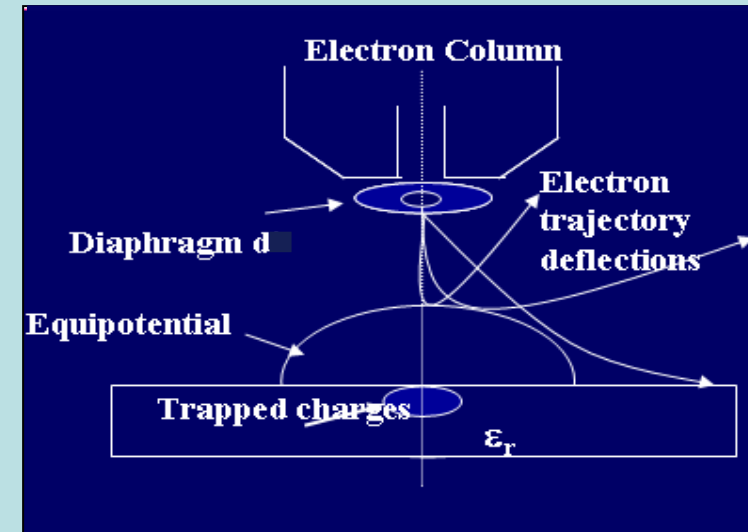
- 1° : Implantation d'électrons énergétiques (30 keV) dans l'échantillon (sonde fixe).
- 2° : observation de l'échantillon avec un faisceau électronique de basse énergie (qq 100 eV = potentiel de balayage V)

### Conséquence :

obtention de l'image miroir qui donne une vue distordue de la chambre objet du MEB



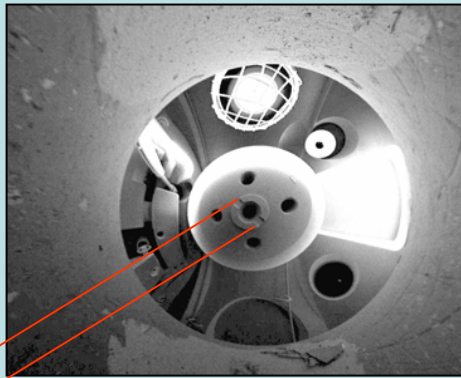
**Déflexion totale:**  
Au lieu d'avoir en A'' (écran) l'image de A, on a celle de A'



charges négatives accumulées dans l'isolant  
=> Champ électrique induit dans le vide  
=> déflexion des trajectoires électroniques

**Effet Miroir :** la charge accumulée pendant l'étape d'implantation induit un champ électrique qui défléchit les électrons incidents comme le fait un miroir convexe avec la lumière.

## Exploitation de l'image Miroir :



Étude des trajectoires : utilisation de la section efficace de diffusion de Rutherford dans le cas d'une charge ponctuelle

Loi électrostatique :

$$\frac{1}{d'} = \frac{4L}{d} \frac{2\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)}{K(h)Q_t} V$$

$d'$  : diamètre du diaphragme objectif sur l'image

$d$  : diamètre réel du diaphragme objectif

$L$  : distance de travail

$\epsilon_r$  : constante diélectrique

$K(h)$  : une fonction de l'épaisseur  $h$  de l'échantillon

$Q_t$  : la charge accumulée (piégée)

$V$  : le potentiel de balayage

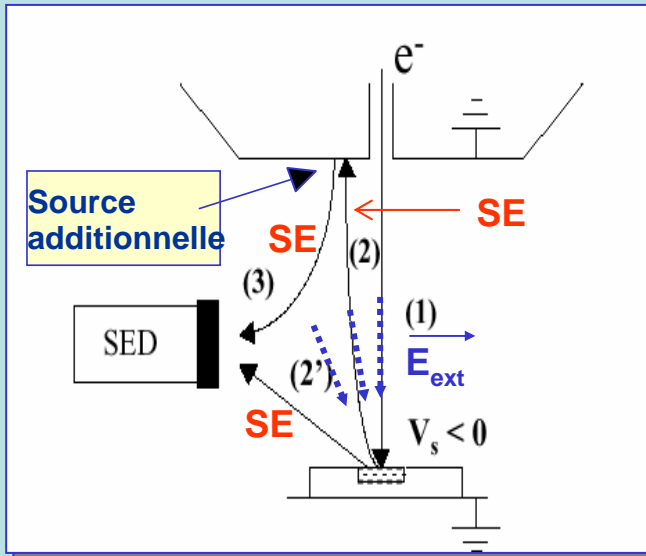
**$1/d'$  en fonction du potentiel de balayage  $V$  donne  $Q_t$  (+ rayon des équipotentielles)**

**Dès que  $V = V_s$  l'image miroir disparaît**

## METHODE MIROIR SPECTACULAIRE ET TRES EXPLOITEE

- mais permet uniquement l'étude d'échantillons très isolants (non recouverts)
- qualitativement intéressante : stabilité de la charge = stabilité du miroir.
- pas d'étude dynamique possible, seulement la charge piégée à l'équilibre (saturation)
- ne permet pas l'étude de la décharge éventuelle

# Effet similaire élucidé : explication des contrastes observés (effet pseudomiroir)



**SE** : électrons secondaires

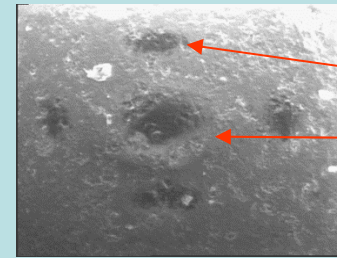
**SED** : détecteur d'électrons secondaires

Le pseudo faisceau d'e<sup>-</sup> secondaires est accélérés par le champ externe (Energie eV<sub>s</sub>)

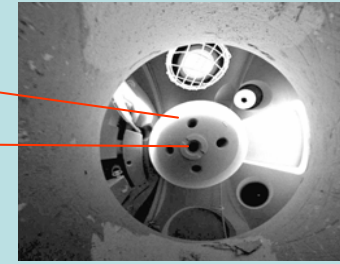
Il balaie la surface de la chambre objet en synchronisme avec la balayage de la surface de l'échantillon par les e<sup>-</sup> primaires

=> Superposition des signaux (3) et (2')

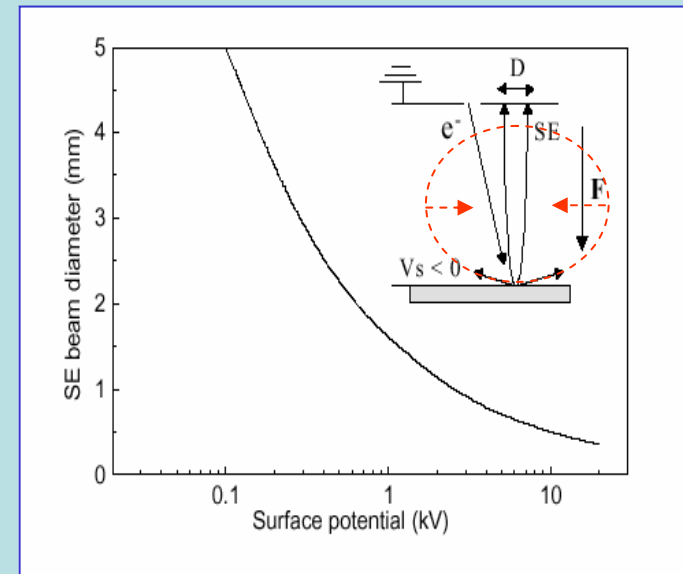
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (E<sub>0</sub> = 20keV)



**Pseudomiroir**



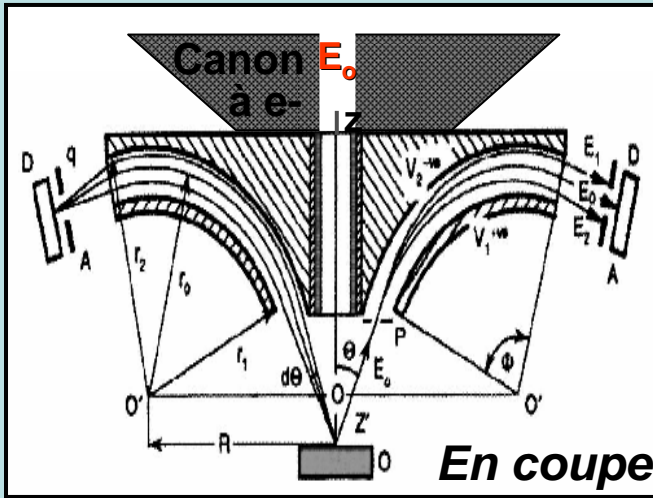
**Miroir**



La largeur de la Lambertienne des SE se « resserre » quand V<sub>s</sub> augmente

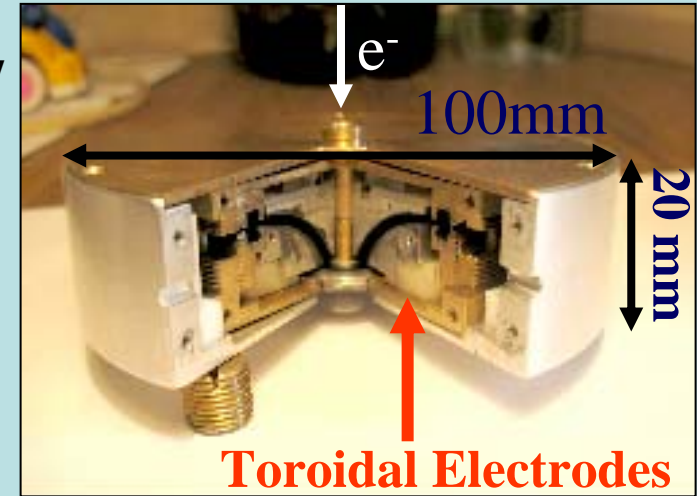
=> les SE bombardent le canon à e<sup>-</sup>

## II - 3 Spectrométrie électronique : mesure directe du potentiel de surface $V_s$



Energy range: 2-40 keV  
Résolution 1% ( $\Delta E/E$ )  
Détecteur annulaire  
(Silicium jonction p-n)

*En vrai*



**Toroidal Electrodes**

Spectromètre Electronique Toroidal réalisé par l'équipe du Pr Rau (Univ Moscou)  
( SET )

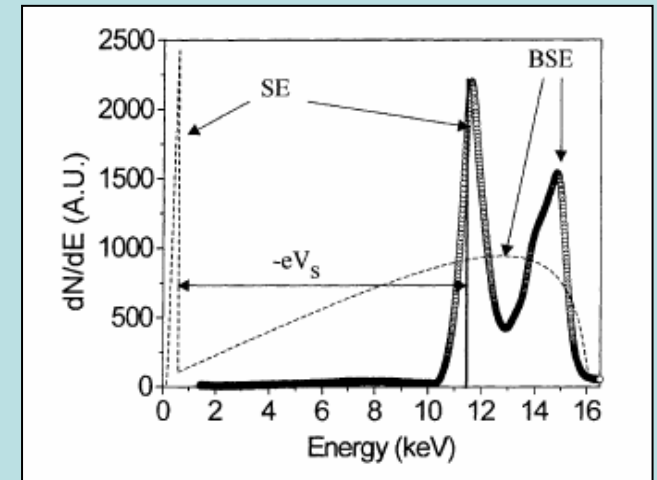
### Principe

charge  $Q$  induite dans l'isolant  $\Rightarrow V_s$   
 $\Rightarrow$  Energie d'atterrissage  $E_L$  des  $e^-$  :  $E_0 - eV_s$

Dès leur sortie, les ES sont accélérés : énergie =  $eV_s$

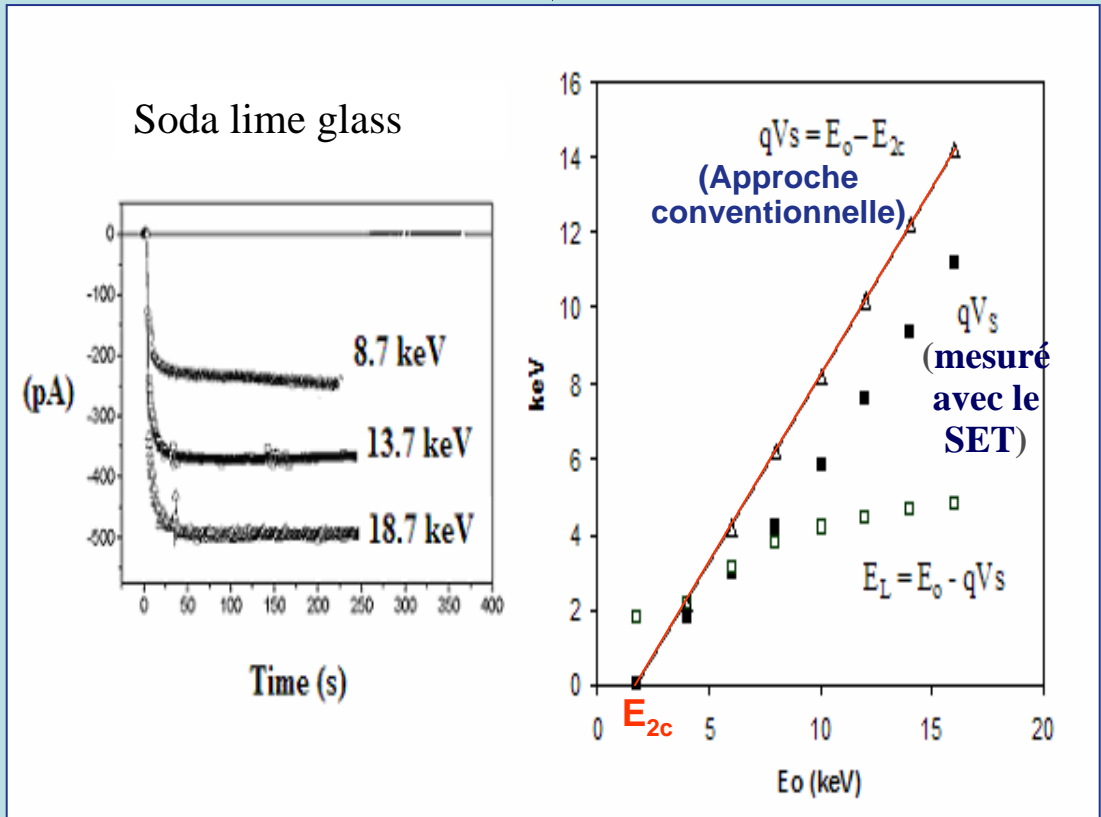
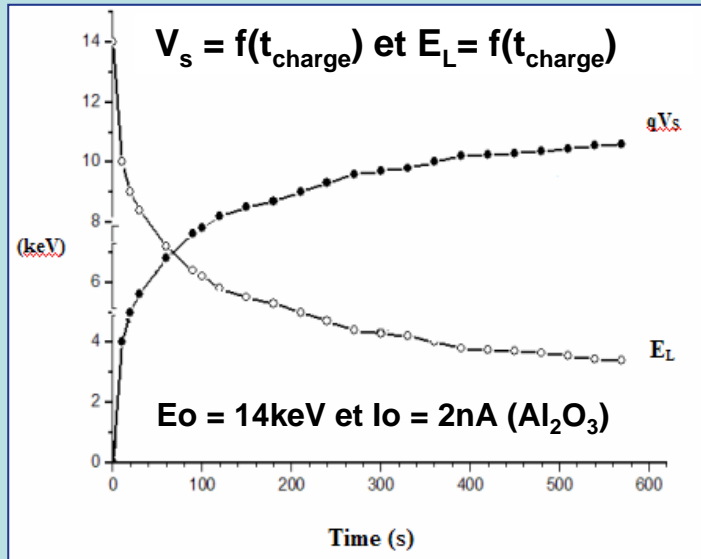
Les ER ont l'énergie proche de  $E_0 - eV_s + eV_s = E_0$

$\Rightarrow$  **Déplacement en énergie du maximum de la distribution des électrons secondaires de  $eV_s$**

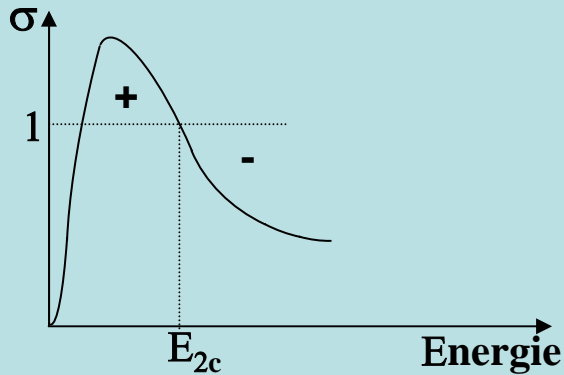


**Mesure dynamique de l'évolution de  $V_s$  pendant le processus de charge possible ( $\pm 0.5kV$ )**

# Application : mesure de $V_s$ sur le verre sodocalcique irradié



Évolution de  $V_s$  et de  $E_L$  en fonction de l'énergie primaire  $E_o$  ( $I_o=2nA$ )

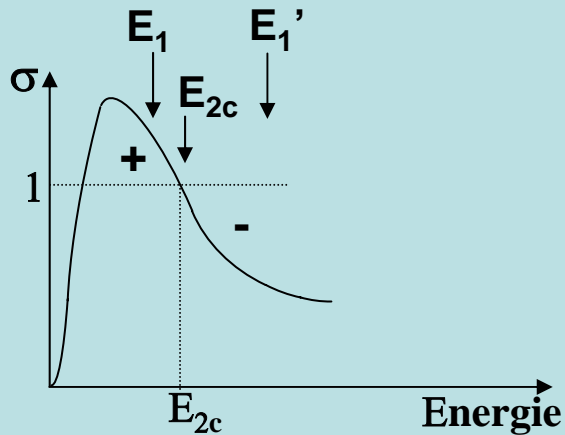


Pour  $V_s = 0$  on retrouve  $E_{2c} = 2\text{keV}$  : 2<sup>nd</sup>e énergie critique ( $\sigma = 1$ ) (pour irradiation permanente)

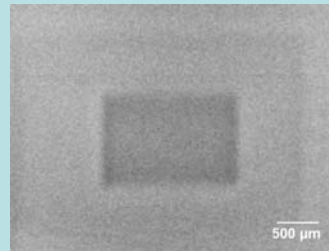
$< E_{2c} \cong 10\text{keV}$  ( faisceau pulsé => échantillon non chargé ) !

## Il est possible de retrouver la valeur approchée de $E_{2c}$ ( $V_s = 0$ ) par :

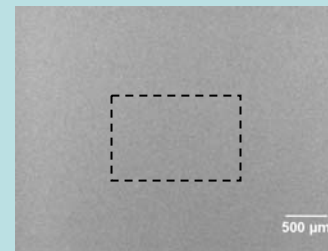
- balayage de la surface à fort grossissements
- puis visualisation à faible grossissement de la zone irradiée et ajustement de l'énergie du faisceau primaire au voisinage de  $E_{2c}$



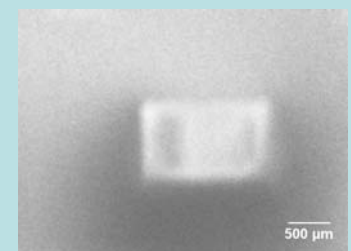
### PMMA



$E_1 = 0.9 \text{ keV}$

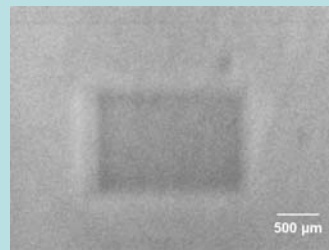


$E_{2c} = 1 \text{ keV}$

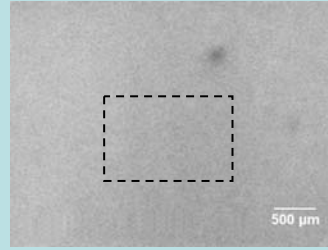


$E_1' = 1.2 \text{ keV}$

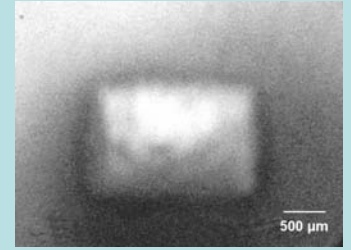
### VERRE



$E_1 = 0.8 \text{ keV}$



$E_{2c} = 1.4 \text{ keV}$

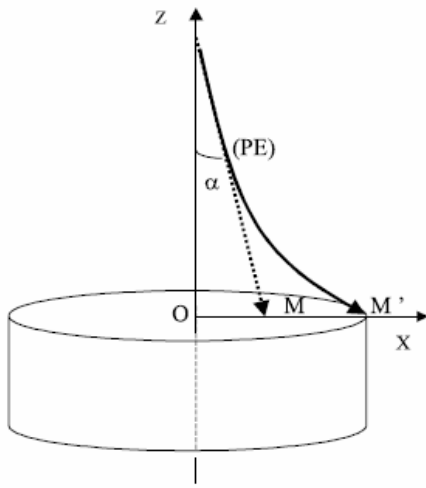


$E_1' = 1.7 \text{ keV}$

**Interprétation du contraste des images secondaires pas simple !**

## II - 4 METHODE UTILISANT LA DEFLEXION DU FAISCEAU

Charge dans un diélectrique (disque) => champ  $\vec{E}$  externe => déflexion du faisceau d'e<sup>-</sup>



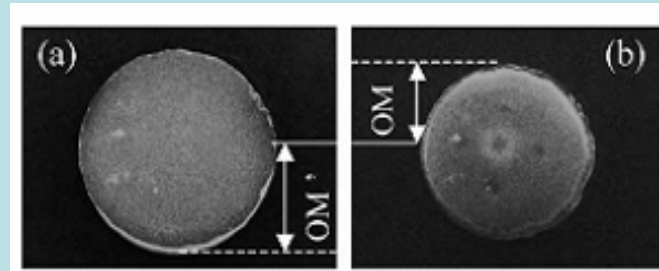
**Le signal associé au point M' est affecté au point M sur l'image !**  
 <= (synchronisation du balayage de l'écran avec les bobines de balayage)

**=> Distorsion de l'image**  
**= Diminution du diamètre apparent du disque sur l'écran**

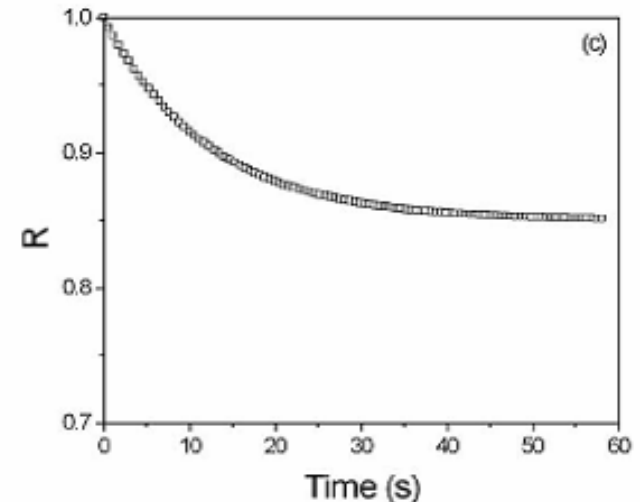
*Évolution du rayon a de l'image d'un disque isolant pendant le phénomène de charge*

t = 10s

t = 60s



Évolution du rapport du diamètre apparent d(t) sur le diamètre réel d<sub>0</sub>



### METHODE

Calcul des trajectoires des e<sup>-</sup> primaires dans  $\vec{E}$  ext (PFD)

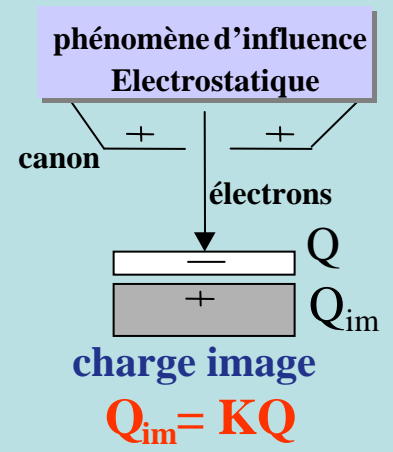
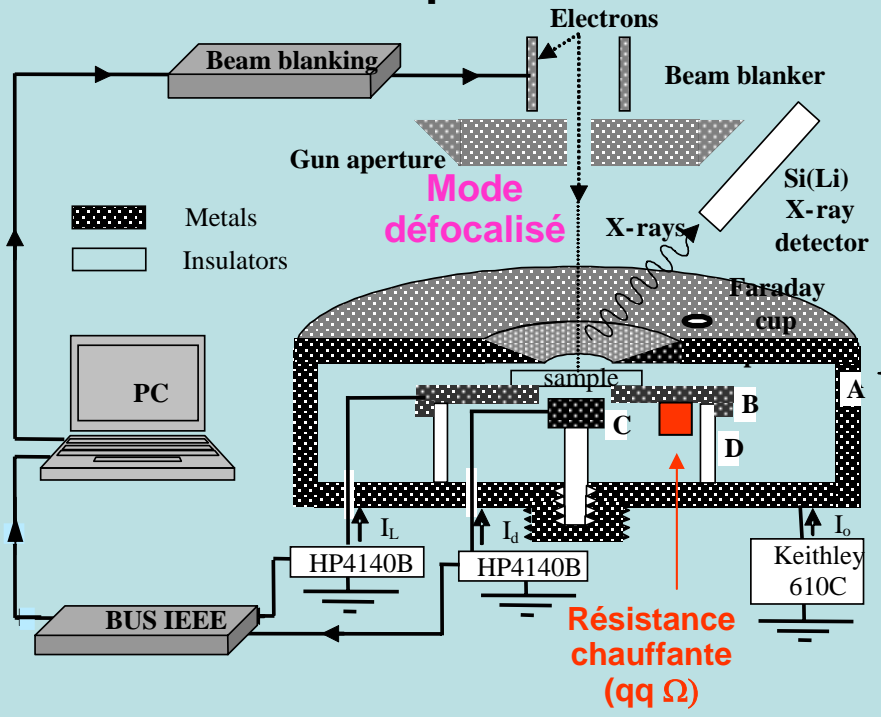
$$V(x) = \frac{Q}{\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)a^2} [(a^2 + z^2) - z] - \frac{Qx^2(a^2 + z^2)^{-3/2}}{4\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)}$$

Comparaison et ajustement avec le diamètre apparent des images du disque chargé (acquises avec une carte video 25 images/s) (*thèse M. Belhaj univ Reims 2001*)

# II – 5 METHODE PAR INFLUENCE ELECTROSTATIQUE (EIM)

## mesure de la charge piégée Q (charge d'espace) dans un isolant nu

Porte échantillon spécifique adapté à la mesure de petits courants



**K = facteur d'influence électrostatique**

Permet la mesure séparée du courant de fuite I<sub>L</sub> et du courant d'influence I<sub>d</sub> !

Mesures des évolutions de la charge piégée Q et de la décharge possibles ! ( K à déterminer !)

Possibilité d'obtenir les constantes de temps de charge (cinétique de la charge piégée) !

## PRINCIPE : loi de conservation des courants :

Courant d'influence

$$I_d = \frac{dQ_{im}}{dt} = K \frac{dQ}{dt}$$

Charge piégée :

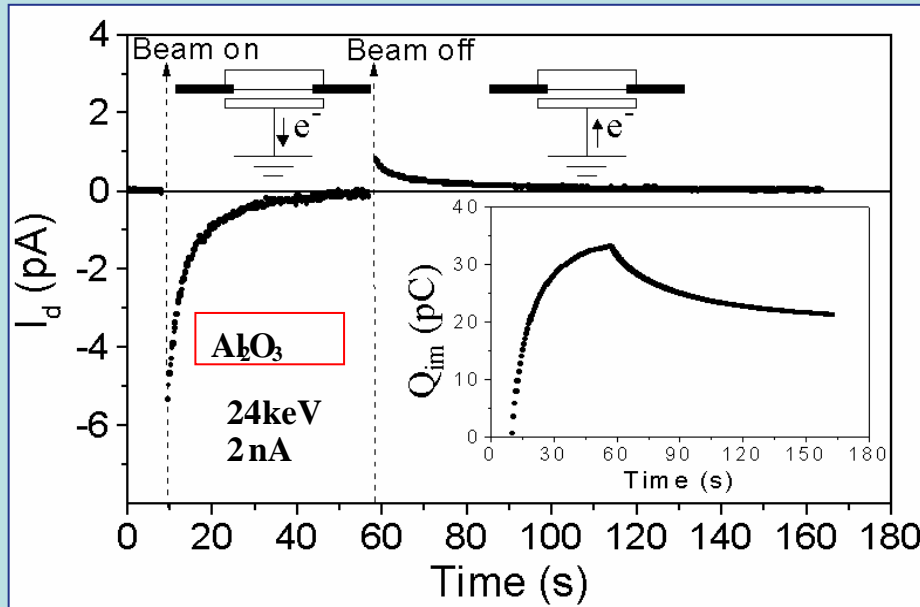
$$Q(t) = \frac{1}{K} \int_0^{\infty} I_d(t) \cdot dt$$

$$I_o = \underbrace{(\delta + \eta)}_{\sigma} I_o + I_L + \underbrace{\frac{dQ}{dt}}_{\frac{I_d}{K}}$$

Taux d'émission électronique
Courant de fuite
Courant d'influence  


Facteur d'influence

## Exemple Alumine : $I_d$ et charge image

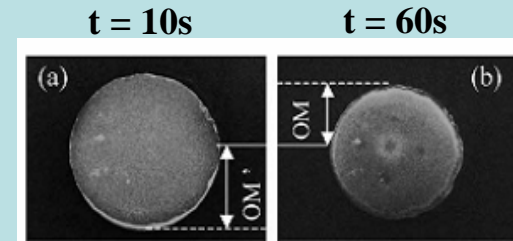
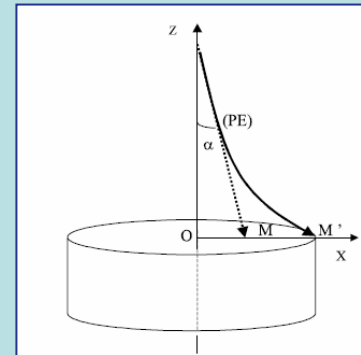


si l'isolant se décharge partiellement :

- Rapport  $K = - I_d / I_L$  (faisceau coupé  $I_o = 0$ )

si l'isolant ne se décharge pas :

- Comparaison avec la méthode de déflection :



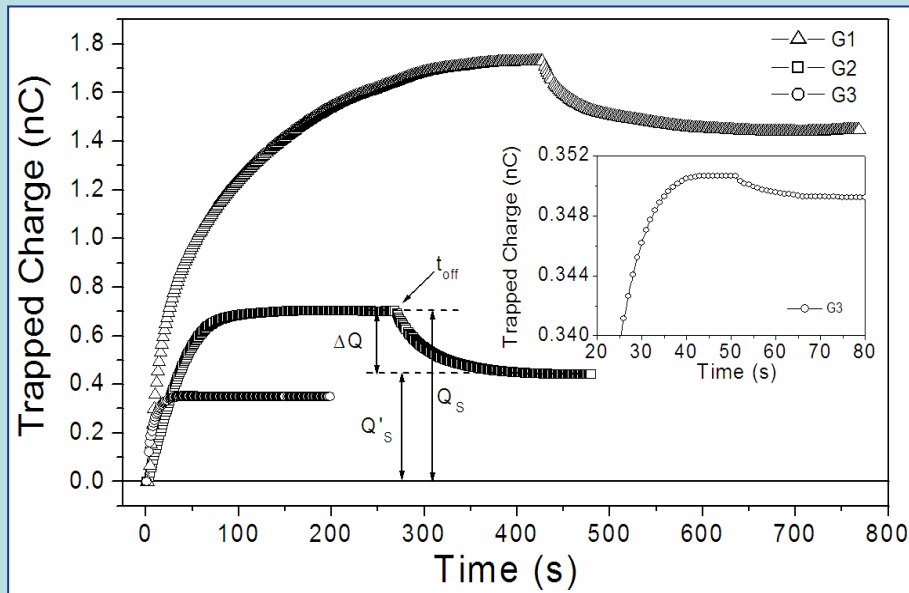
Changement de signe du courant =>  $I_d$  courant d'influence

$I_d = 0$  à l'équilibre

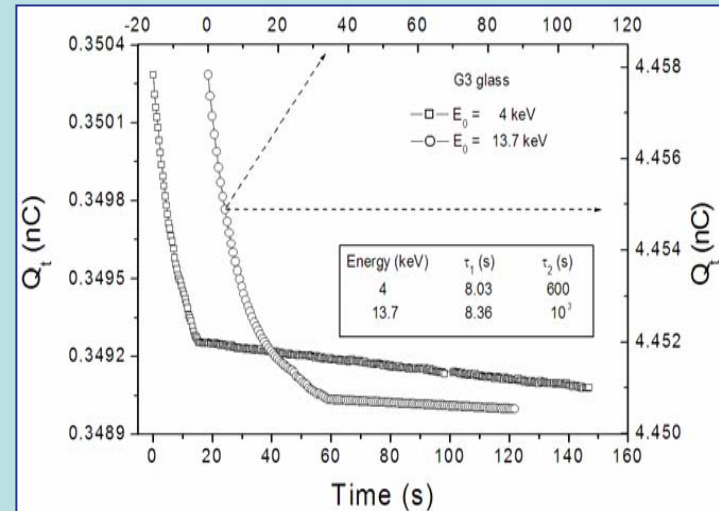
Décharge partielle

## Applications : mesure dynamique de la charge piégée

### Charge / décharge de 3 types de verres pour les espaceurs des écrans plats (St Gobain)



Charge à saturation et cte de temps différentes suivant le verre utilisé

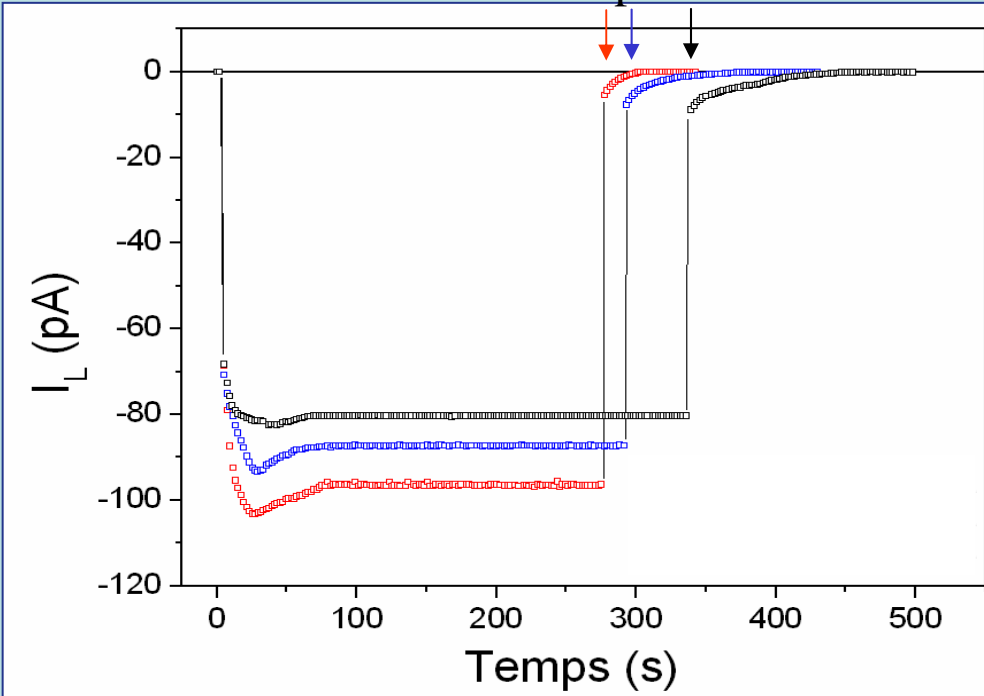
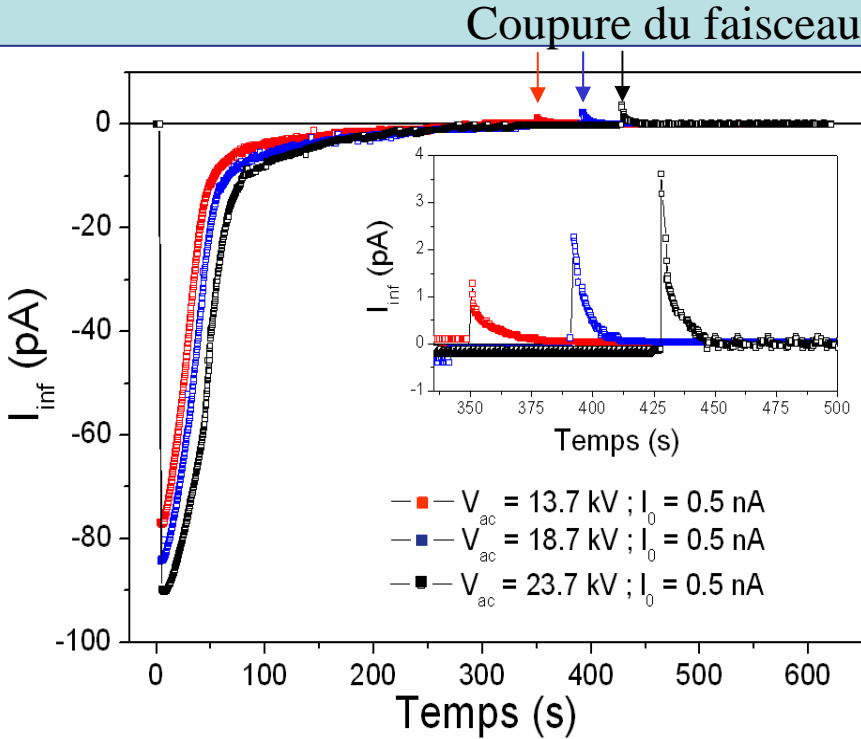


Mise en évidence de deux mécanismes physiques différents pour la décharge du verre G3 (à 2  $E_0$  différentes)

(2 constantes de temps différentes)

# Charge / décharge du PET utilisé pour les gaines de câbles haute tension

## GDR (SEEDS)



Courant d'influence  $I_{inf} = I_d = dQ_{im}/dt$

Le taux de piégeage  $dQ_{im}/dt$  au début de l'irradiation =  $f(\sigma, N, \delta)$  augmente

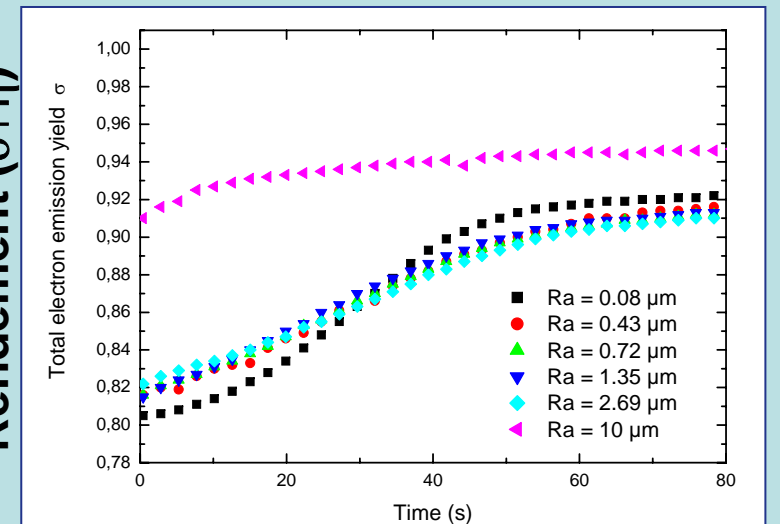
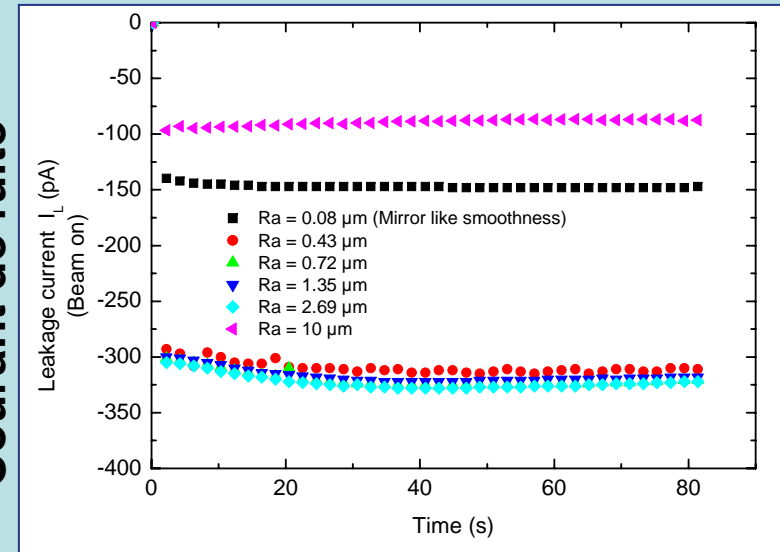
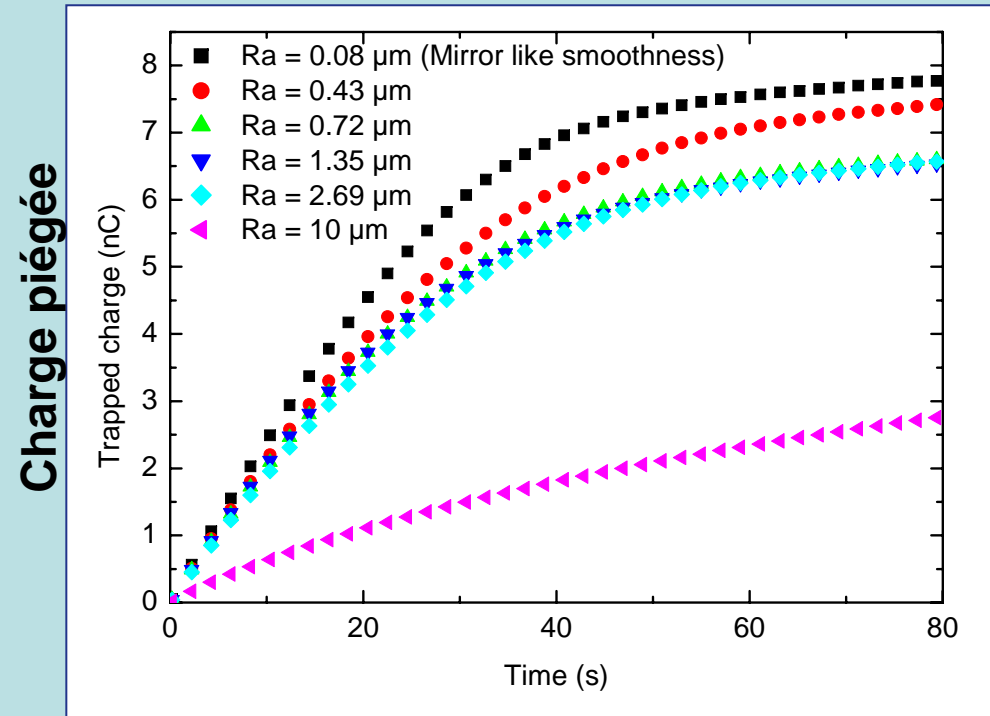
$$\frac{dQ_{im}}{dt} \approx K I_p (\delta \cdot \lambda N_t^h \sigma_t^h - (1 - \eta) \cdot R \cdot N_t^c \sigma_t^c)$$

Courant de fuite  $I_L$

Quand  $E_0$  augmente (du rouge au noir en passant par le bleu)  $\Rightarrow I_L$  diminue

**$\Rightarrow$  Le PET présente une conductivité exclusivement superficielle**

# Influence de la rugosité de surface du PMMA sur l'évacuation de la charge piégée



**Pour les faibles rugosités :**

**Régulation de la charge d'espace par l'augmentation du courant de fuite !**

**Pour les rugosités  $Ra > 10\mu\text{m}$  :**

**Régulation de la charge d'espace par l'augmentation de l'émission électronique secondaire !**

**= Pistes pour l'évacuation des charges sur les isolants embarqués (satellites)**

## III - CONCLUSION

**MEB = instrument fantastique qui peut faire l'objet de recherche pour lui même**  
(inversion du contraste, ESEM...)

**= Outil idéal pour la caractérisation des diélectriques irradiés**

**Conditions d'énergie proches de l'environnement des satellites soumis au vent solaire**

*(les claquages diélectriques sont responsables de 1/3 des défauts des satellites)*

• **Spectromètre toroïdal = Une bonne alternative pour déterminer  $V_s$  .**

**=> Possibilité d'obtenir la cartographie de  $V_s$  d'un isolant**

**Visualisation de zones ayant différentes constantes diélectriques.**

• **Utilisation des courants induits (Méthode d'influence)**

**- Étude dynamique des cinétiques de charge - décharge d'isolants nus ou recouverts**

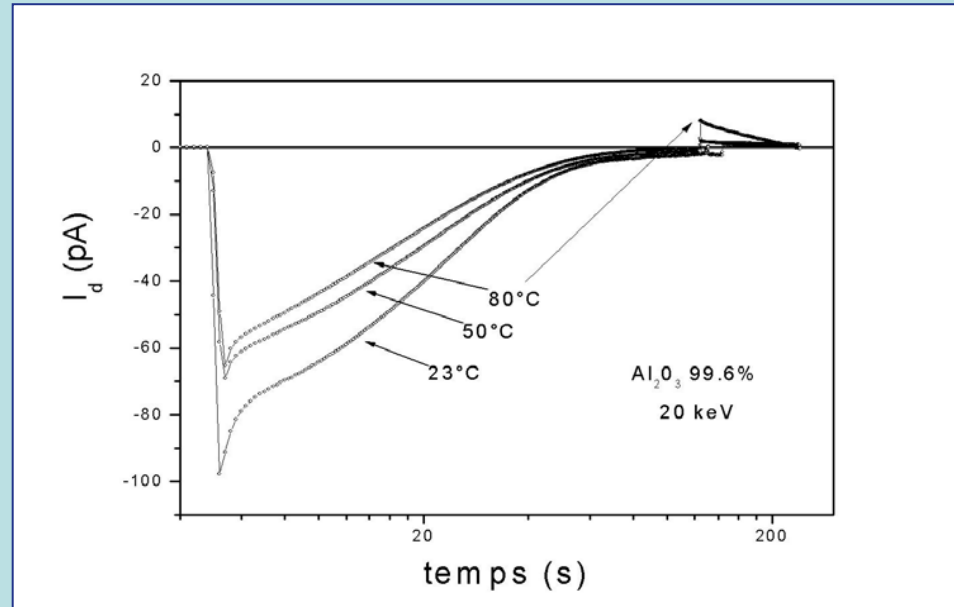
**- Évaluation des constantes de temps de charge et de décharge**

**- Observation possible de pulses (décharges instantanées)**

**- Possibilité de remonter à l'évolution temporelle du rendement d'émission secondaire**

**MERCI DE VOTRE ATTENTION**

## Influence de la température sur $\text{Al}_2\text{O}_3$ : (Substrat circuit de puissance) GDR (SEEDS)



**Courant d'influence  $\text{Al}_2\text{O}_3$  99.6%**

Quand la température augmente :  $Q_{im}$  diminue (= aire délimitée par  $I_d$ )

Normalement  $\delta$  diminue avec la température  $\Rightarrow I_L$  augmente (courant de fuite)

$$I_o = (\delta + \eta)I_o + I_L + \frac{I_d}{K}$$

**Le courant de fuite est le principal facteur de régulation de la charge dans ce cas**

## Études en cours & perspectives

**Possibilité d'observer (MEB) les phénomènes d'arborescences électriques au cours de l'irradiation (collaboration Université de Tizi Ouzou)**

**Effet de l'environnement (atmosphère) sur le comportement des isolants irradiés : utilisation du LVSEM**

**Étude de la charge/ décharge du Kapton (couverture thermique des satellites) Collaboration ONERA\_DESP**