



Journées Pédagogiques

Paris - 4 et 5 décembre 2014

**Les solutions technologiques
en microscopie électronique à balayage
pour l'imagerie à basse tension**

1^{ère} partie : Les canons et les colonnes

2^{ème} partie : Les détecteurs

**Francine Roussel, Frédéric Charlot, Laurent Maniguet
Grenoble INP/CMTC**

Plateforme de caractérisation des matériaux de Grenoble INP



Microscopie électronique et techniques d'analyse associées

- 1 MEB FEG ZEISS Ultra 55 avec EDS & EBSD
- 1 MEB FEG FEI QUANTA 250 Environnemental avec EDS
- 1 MEB-FIB ZEISS NVision 40, Fondation Nanosciences
 (en partenariat avec les plateformes PFNC & PTA)
- 3 MEB conventionnels avec EDS
- 1 MET JEOL 2010 200 kV LaB6 avec EDS
- 1 MET JEOL 2100 F 200kV FEG avec EDS
- 1 Microsonde de Casting CAMECA SX50 (WDS)

Rayons X

- 1 Diffractomètre X D8 Advance Bruker
- 1 Diffractomètre X X'Pert PRO MPD PANalytical
- 1 Diffractomètre X 5 cercles Rigaku
 avec anode tournante
- 1 Tomographe X Easytom XL Nano RX Solution

Spectrométrie Raman

- 1 Spectromètre Raman T64000
 (+ centre commun LEPMI, CEA, CMTC)

► **Au service : de la recherche, de la formation, des entreprises**



Journées Pédagogiques

Paris - 4 et 5 décembre 2014

Les solutions technologiques en microscopie électronique à balayage pour l'imagerie à basse tension

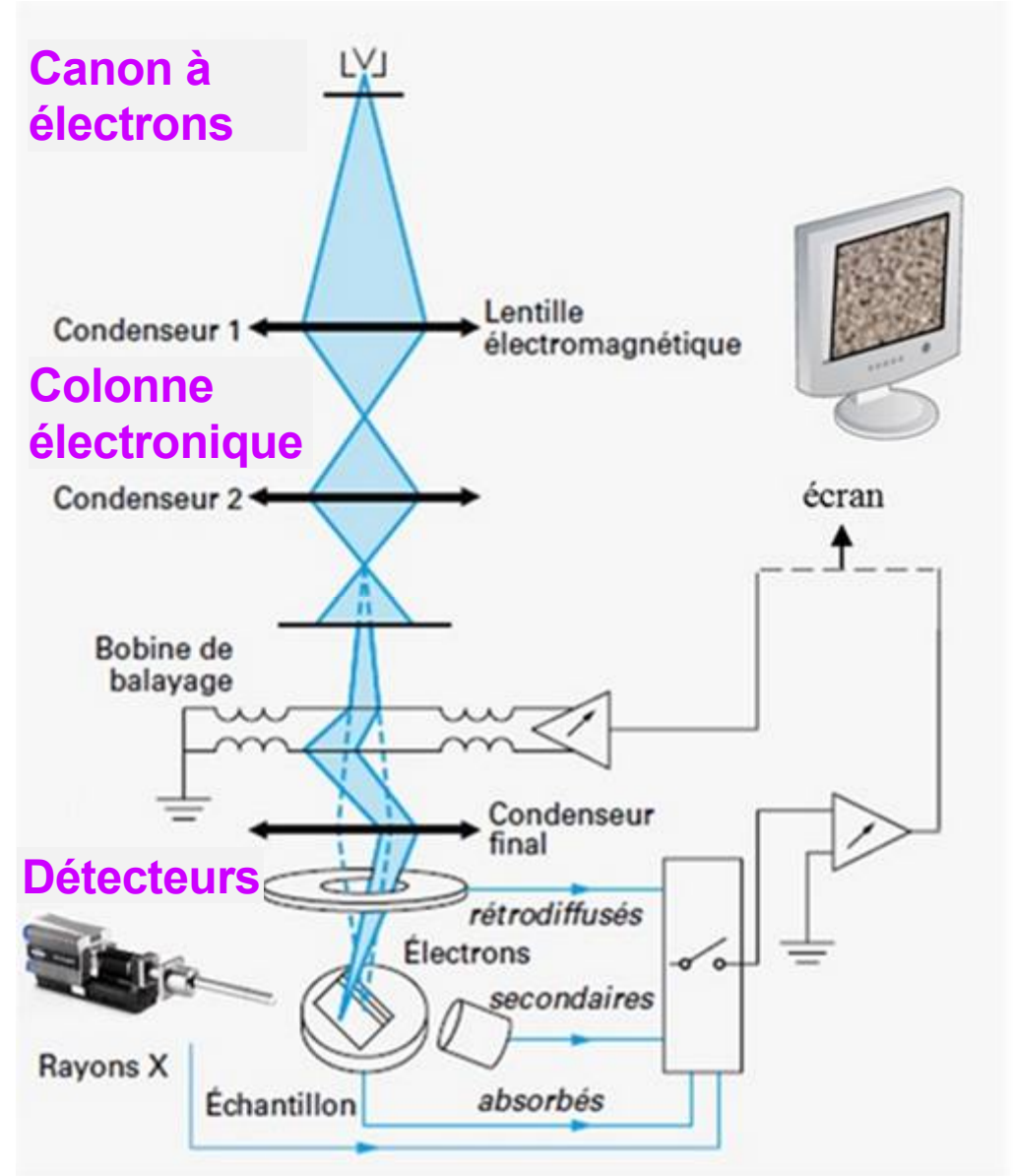
1^{ère} partie : Les canons et les colonnes

**Francine Roussel, Frédéric Charlot, Laurent Maniguet
Grenoble INP/CMTC**

Schéma général d'un MEB

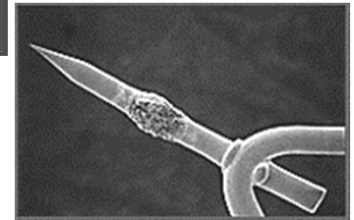
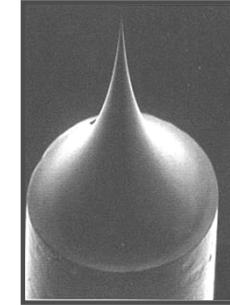
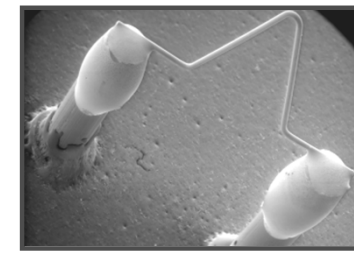
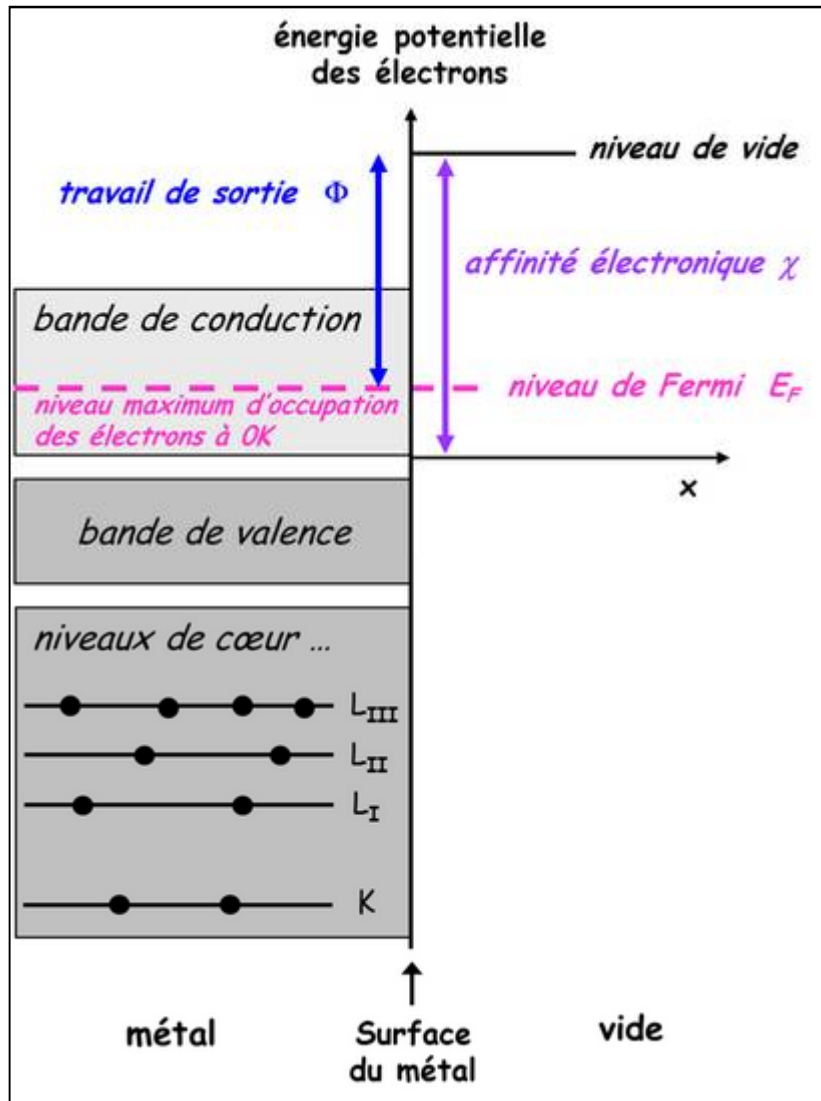
Paramètres importants pour la résolution, notamment à basse tension :

- ⇒ Le type de **canons à électrons** (*dimension de la source électronique*)
- ⇒ La **colonne électronique** et son optimisation
- ⇒ La dimension du faisceau sur l'échantillon (*diamètre de sonde et aberrations*)
- ⇒ Les interactions électrons-matière (*conditions opératoires et volume de diffusion*)
- ⇒ Les **détecteurs** de signaux émis et leurs améliorations



Les canons à électrons

Dans un MEB, l'émetteur d'électrons est un métal placé sous vide.
Comment en extraire des électrons et leur fournir une certaine énergie ?



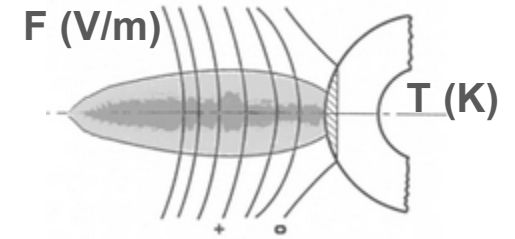
Structure électronique d'une interface métal-vide.

Pour extraire les électrons du métal et leur communiquer une certaine énergie, il faut leur faire franchir la barrière de potentiel.

Deux moyens : **la température et /ou le champ électrique**

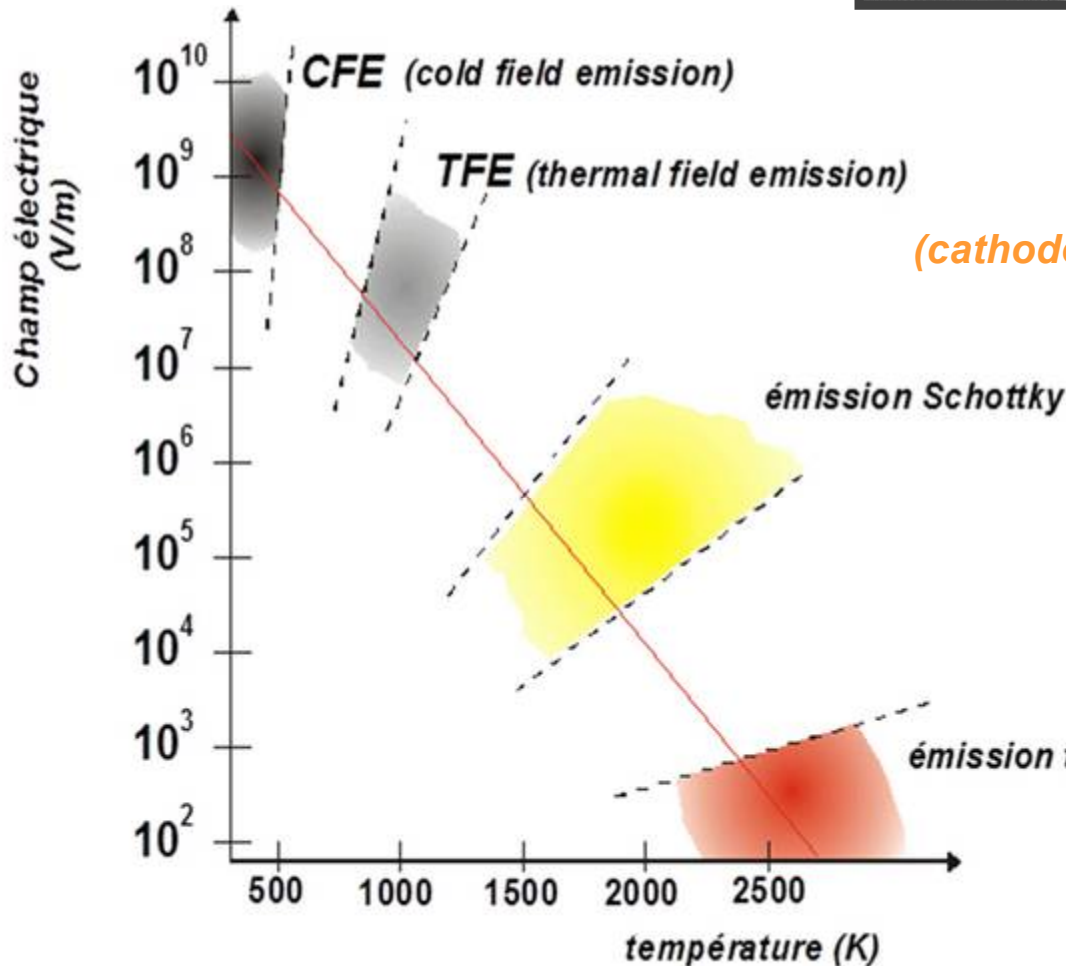
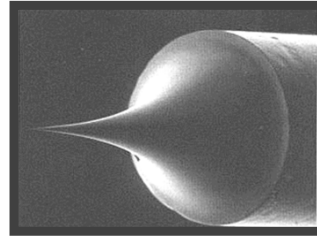
Les canons à électrons

Les différents domaines d'émission électronique en fonction de la température et du champ électrique
Et les familles de MEB associées !



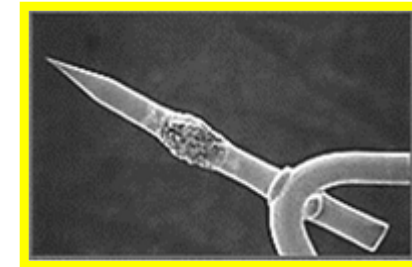
MEB FEG

Effet Tunnel
(cathode froide W)



MEB FEG

Effet Schottky
(cathode chaude W-ZrO₂)



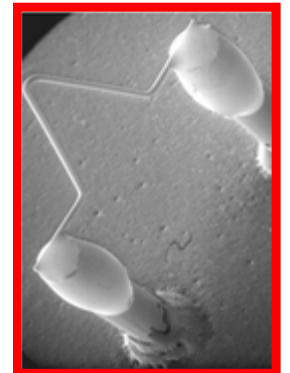
MEB conventionnel

Cathode LaB6



MEB conventionnel

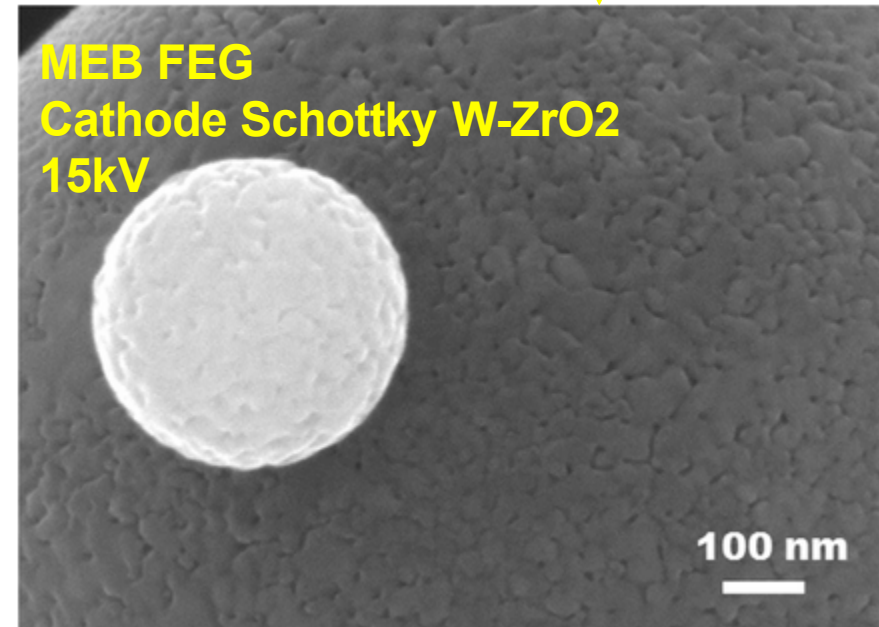
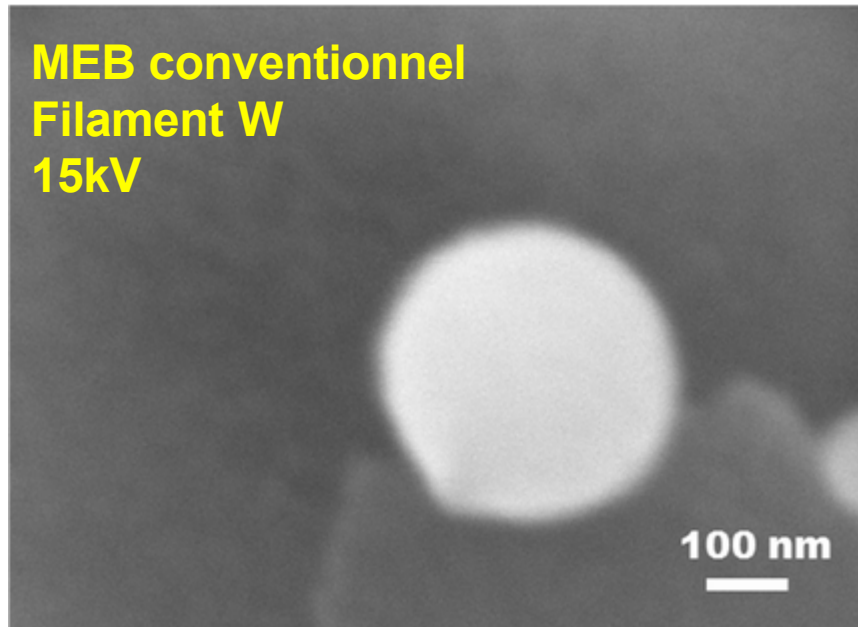
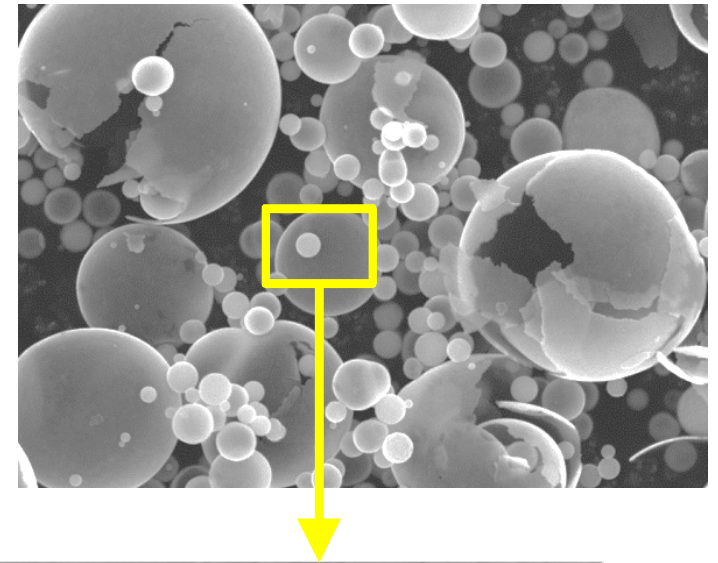
Filament W



Comparaison MEB-W / MEB-FEG

Les MEB-FEG ont une résolution supérieure aux MEB conventionnels aussi bien à haute qu'à basse tension.

⇒ Images en électrons secondaires de la surface d'un grain de poudre de Manganite de Lanthane à fort grandissement ($\times 100\ 000$ en référence polaroid à 15kV)



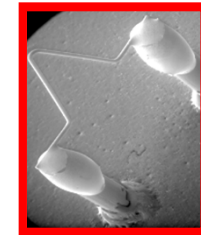
Comment fonctionnent les différents canons ?

Quelles sont leurs grandeurs caractéristiques ?

Quelles sont leurs performances à basse tension ?

Les canons conventionnels et l'émission thermoélectronique

En portant la cathode à très haute température, les électrons de la bande de conduction ont une énergie suffisante pour franchir la barrière de potentiel. Ils sont ensuite accélérés par un champ électrique appliqué entre la cathode et l'anode.



Filament W

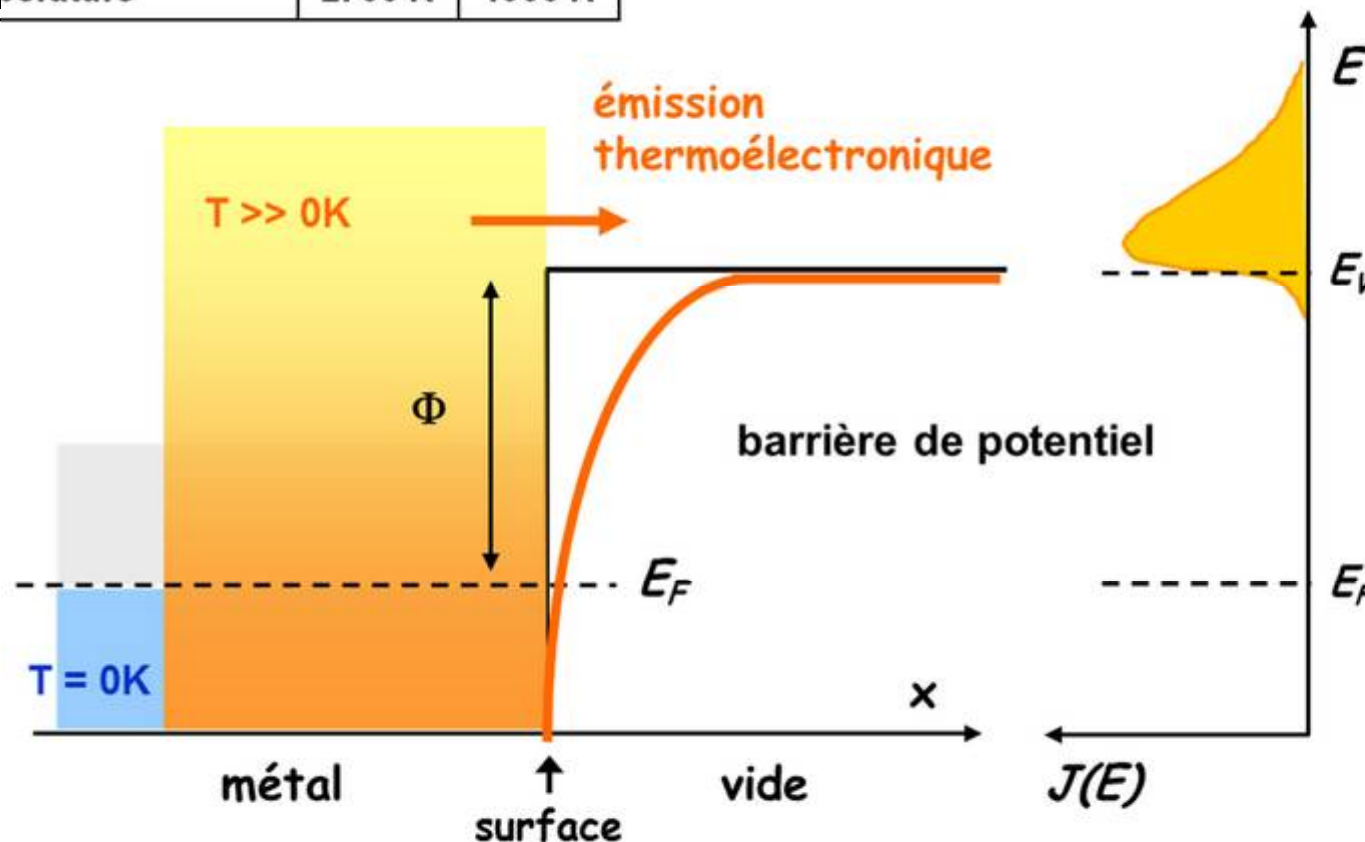


Cathode LaB6

	W	LaB6
travail de sortie Φ	4,5 eV	2,7 eV
température	2700 K	1900 K

émission thermoélectronique

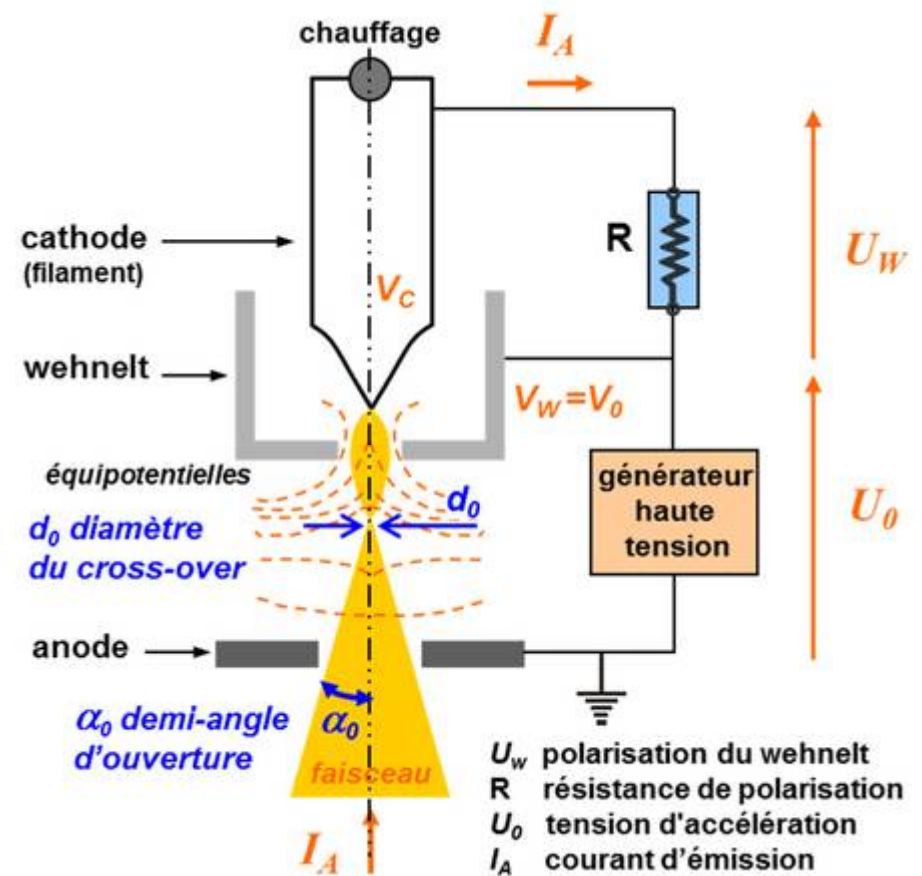
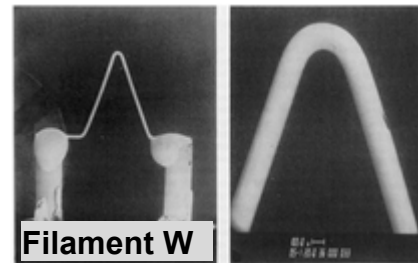
franchissement par les électrons de la barrière de potentiel par saut thermiquement activé



$\Delta E \sim 1.5eV \text{ à } 2eV$

La température élevée de la cathode conduit à une dispersion énergétique des électrons émis assez importante de l'ordre de 1,5 à 2 eV.

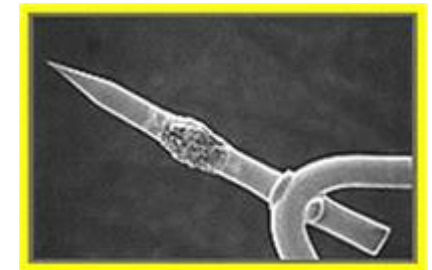
Les canons conventionnels et l'émission thermoélectronique



- ◆ **Source d'électrons** : fil de W de diamètre env. 120 μ m, avec une pointe de faible rayon de courbure (env. 100 μ m), chauffé par effet Joule vers 2700 K sous 2.5 à 3 ampères.
- ◆ **Wehnelt** : électrode portée à un potentiel négatif de quelques centaines de Volts par rapport au filament, les lignes de champ permettent de focaliser le faisceau d'électrons et d'obtenir une **source apparente de petit diamètre d_0 le cross-over** (env. 50 μ m pour un W et 20 μ m pour un LaB6).
- ◆ **Anode** : accélération des électrons en direction de l'anode par le champ électrique créé par la haute tension (de 1 kV à 30 kV). En pratique, la tension d'accélération U_0 est appliquée au wehnelt.

Les canons à cathode chaude et l'émission Schottky

Les électrons sont extraits d'une pointe en W par effet thermoélectronique amplifié par une diminution du travail de sortie par application d'un fort champ électrique. La présence d'un réservoir de ZrO₂ permet de réduire le travail de sortie des électrons. Les électrons sont ensuite accélérés par un champ électrique appliqué entre la cathode et l'anode.

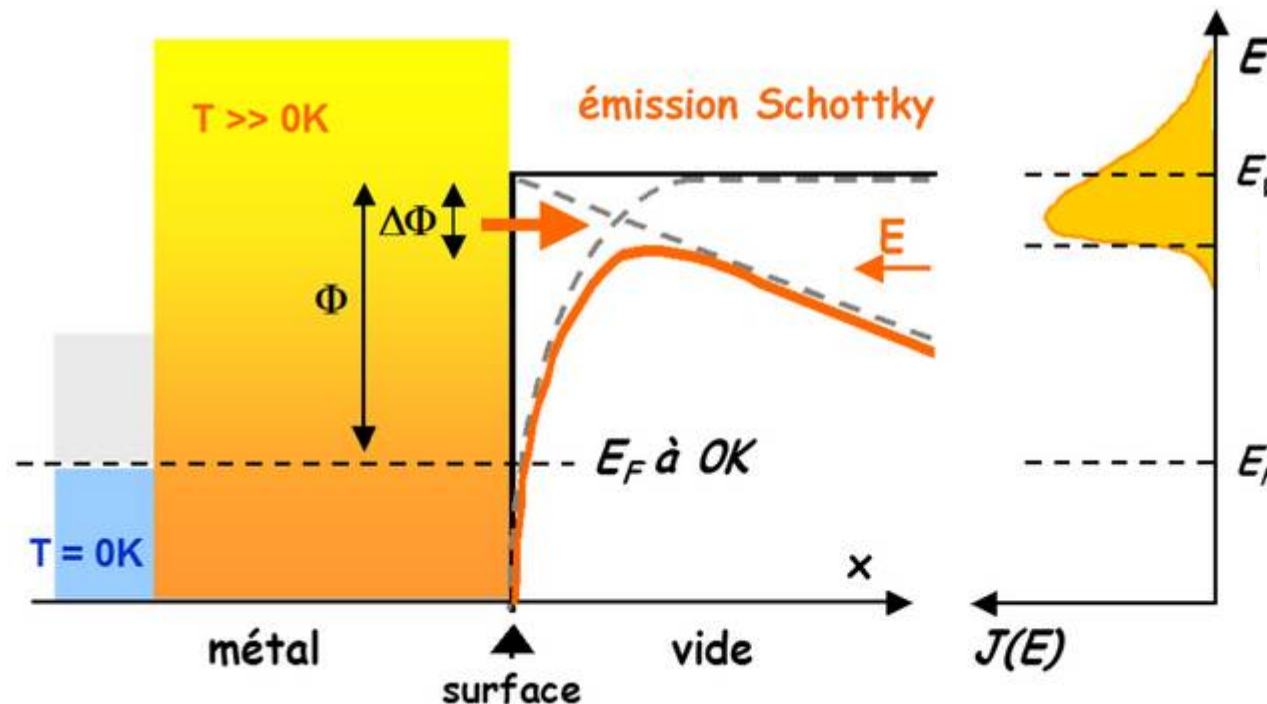


Cathode Schottky W-ZrO₂

	W / ZrO ₂
travail de sortie Φ	2,8 eV
température	1800 K

émission Schottky

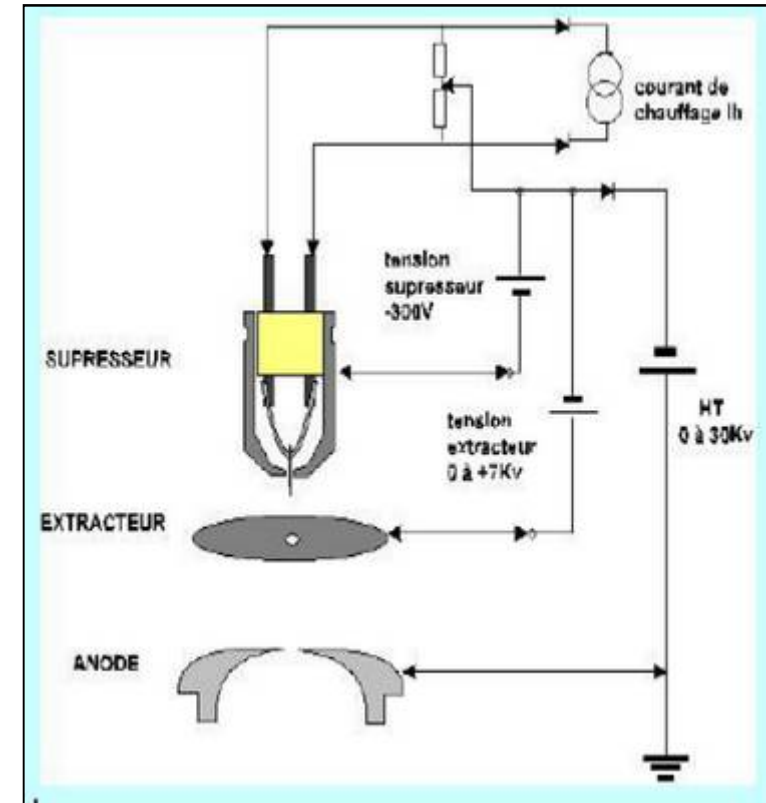
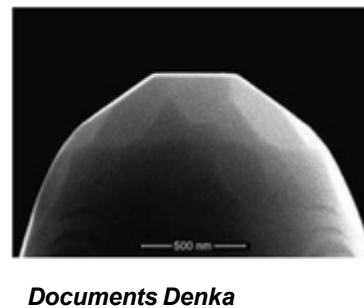
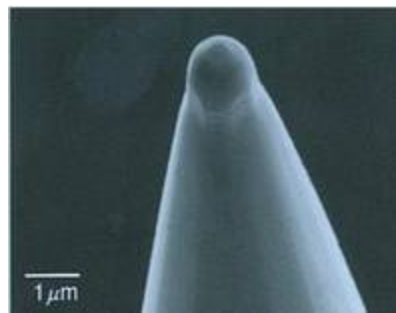
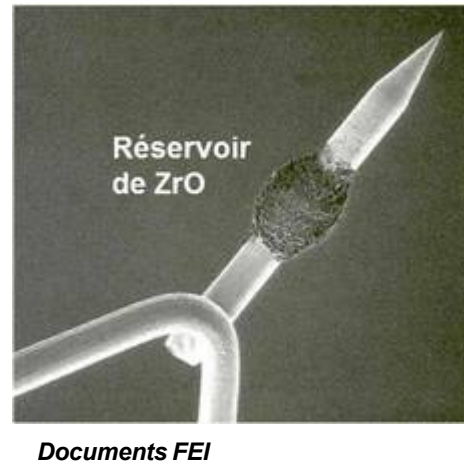
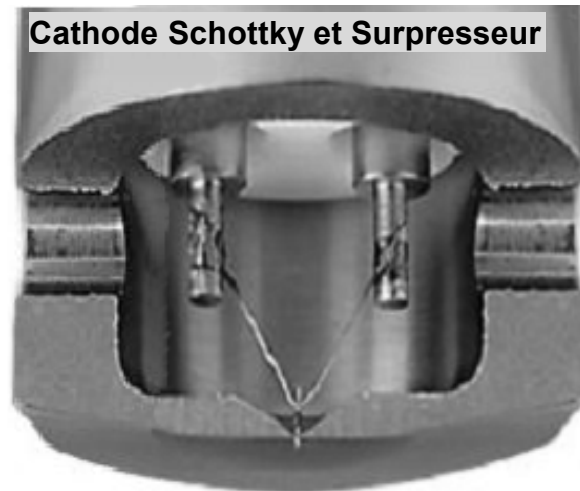
franchissement par les électrons par saut thermiquement activé de la barrière de potentiel abaissée par un champ électrique E



$\Delta E \sim 0.7\text{eV à } 1\text{eV}$

La dispersion énergétique des électrons émis est de l'ordre de 0,7 à 1 eV, plus faible qu'avec l'émission thermoélectronique

Les canons à cathode chaude et l'émission Schottky



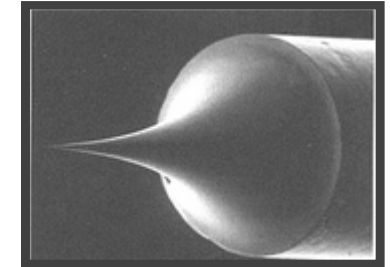
- ◆ Source d'électrons : pointe de cristal de W terminée par une facette <100>, de rayon de courbure env. 1 μm , formant un méplat d'env. 0,5 μm de diamètre, portée par un filament en W d'env. 100 μm de diamètre et son réservoir de ZrO chauffés à une température de 1700K à 1800K.
- ◆ Suppresseur : électrode portée à un potentiel négatif permettant de bloquer les électrons d'origine thermique.
- ◆ Extracteur : électrode fournissant le champ électrique qui extrait les électrons de la pointe.
Le cross-over est virtuel et de très faible diamètre env. 15 à 30 nm.
- ◆ Anode : anode fournissant la tension d'accélération des électrons.

Les canons à cathode froide et l'émission Tunnel

Les électrons sont extraits du matériau par effet Tunnel. Il s'agit d'un effet quantique qui permet le transfert d'électrons du métal vers le vide.

Si la barrière est suffisamment étroite, de l'ordre du nanomètre, la nature ondulatoire de l'électron permet à ce dernier de passer à travers celle-ci.

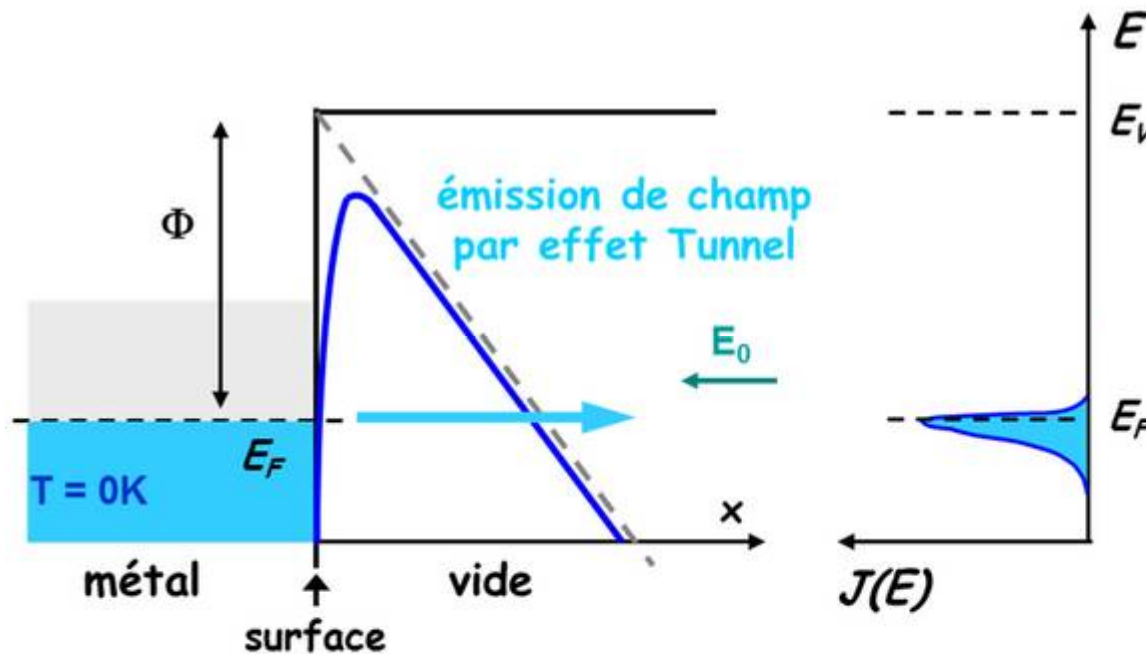
La largeur de la barrière peut être artificiellement réduite par l'action d'un champ électrique intense appliqué (supérieur à 10^7 V/cm).



Cathode froide W

émission Tunnel

Transfert d'électrons à travers la barrière, résultant de la nature ondulatoire de l'électron. Cette émission froide porte le nom d'émission de champ.



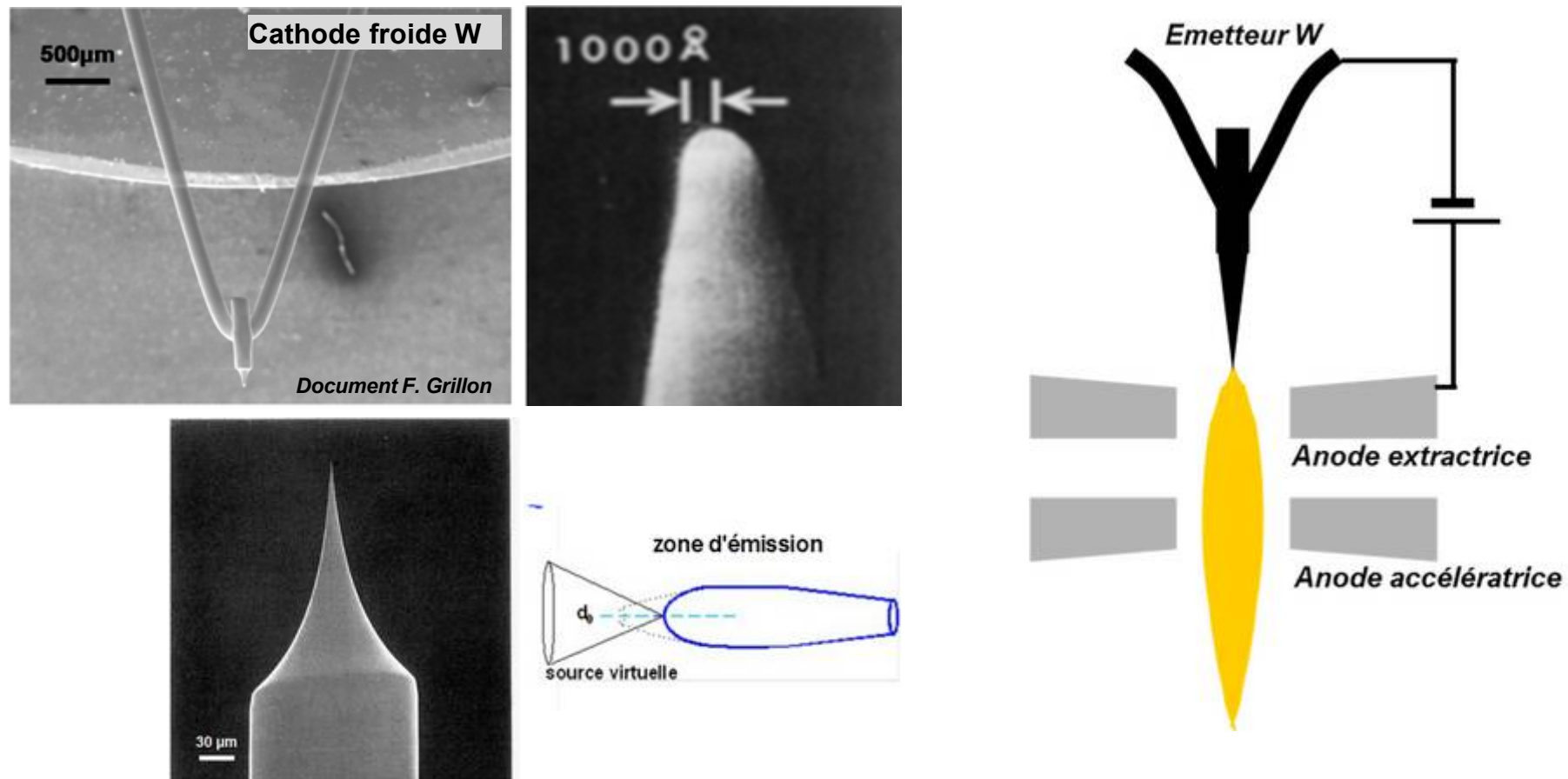
$$\Delta E \sim 0.2\text{eV à } 0.4\text{eV}$$

La dispersion énergétique des électrons émis est très faible de 0,2 à 0,4 eV. La distribution est déterminée par la forme triangulaire de la barrière.

Du point de vue technologique, il existe deux types de cathodes froides :

"Cold Field Emission" ou CFE : 300 K et "Thermal Field Emission" ou TFE : 1500 K

Les canons à cathode froide et l'émission Tunnel



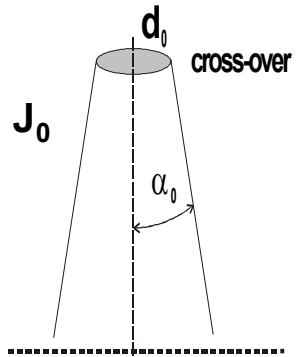
- ◆ **Source d'électrons** : pointe monocristalline de W amincie par voie électrolytique, de très faible rayon de courbure (env. 100nm), portée par un filament en W permettant un éventuel chauffage. Performances de ces pointes améliorées en orientant le cristal dans une direction privilégiée (réduction du travail de sortie).
- ◆ **Extracteur** : électrode fournissant le champ électrique qui extrait les électrons de la pointe par effet tunnel ($4 \cdot 10^7$ V/cm). **Le cross-over est virtuel et de faible diamètre (environ 2 à 10 nm).**
- ◆ **Anode** : anode fournissant la tension d'accélération des électrons.

Grandeurs caractéristiques des canons

Densité de courant d'émission au canon

Le métal émet un courant. La densité de courant d'émission au canon est la densité J_0 des électrons émis par unité de surface au niveau du filament. J_0 peut aussi s'exprimer en fonction de l'intensité électronique et du diamètre du cross-over.

$$J_0 = \frac{4I_0}{\pi d_0^2}$$



Brillance au canon

C'est une caractéristique essentielle du canon, B est définie comme la densité de courant d'émission par unité d'angle solide. Elle s'exprime en $\text{Acm}^{-2}\text{sr}^{-1}$.

$$B = \frac{J_0}{\Omega} = \frac{4I_0}{\pi d_0^2 \Omega} = \frac{4I_0}{\pi \alpha_0^2 d_0^2}$$

avec $\Omega = 2\pi(1 - \cos\alpha_0) \approx \pi\alpha_0^2$

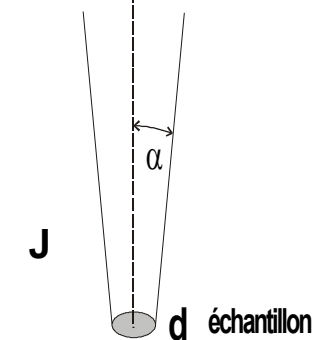
α_0 demi angle d'ouverture du faisceau au cross-over

d_0 diamètre du cross-over

Densité de courant d'émission au niveau de la sonde

La densité de courant d'émission J au niveau de la sonde peut être calculée par rapport à la densité d'émission au canon par la loi de Langmuir.

$$J = J_0 \frac{eV}{kT} \alpha^2$$



Brillance au niveau de la sonde

$$B = \frac{J}{\Omega} = \frac{4I}{\pi d^2 \Omega} = \frac{4I}{\pi \alpha^2 d^2}$$

B est la densité de courant par unité d'angle solide. Elle s'exprime en $\text{Acm}^{-2}\text{sr}^{-1}$.

La Brillance

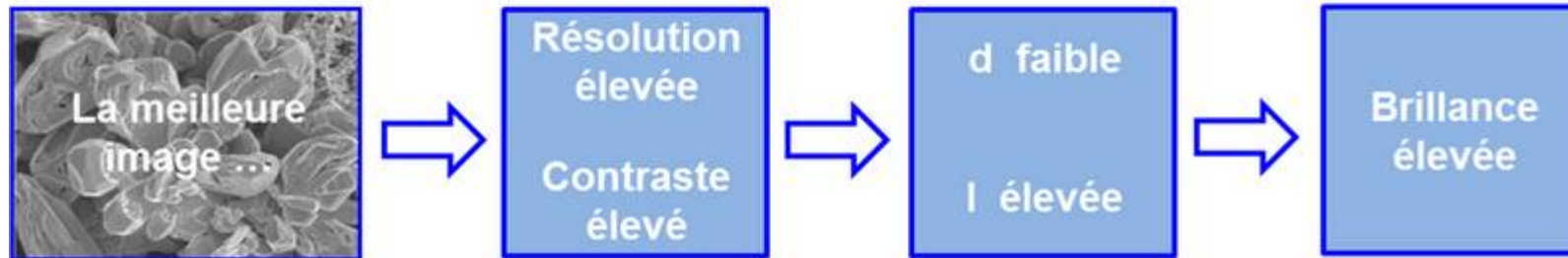
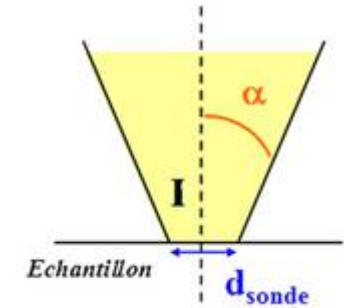
$$B = \frac{J}{\Omega} = \frac{4I}{\pi d^2 \Omega} = \frac{4I}{\pi \alpha^2 d^2}$$

Pourquoi s'intéresser à la Brillance ?

Les paramètres I , α et d varient avec le fonctionnement de la colonne du MEB (diaphragme, excitation des lentilles), alors que la brillance se conserve dans des régions équipotentielles.

L'intensité I est reliée au contraste de l'image et donc au rapport signal / bruit.

Le diamètre de sonde d est relié à la résolution.



Type de canon	W	LaB ₆	W-ZrO Schottky	W Tunnel
Diamètre de la source (µm)	50 µm	20 µm	15 nm	5 - 10 nm
Dispersion en énergie (eV)	1.5 - 2	1 - 2	0.7 - 1	0.2 - 0.4
Brillance de la sonde à 20 kV B (Acm ⁻² sr ⁻¹)	10 ⁵	10 ⁶	10 ⁷ - 5 10 ⁸	> 10 ⁹

A haute tension, les MEB-FEG ont une brillance supérieure aux MEB conventionnels, ce qui est en accord avec la résolution. [Que dire à basse tension ?](#)

La Brillance

$$B = \frac{J}{\Omega} = \frac{4I}{\pi d^2 \Omega} = \frac{4I}{\pi \alpha^2 d^2}$$

Comment évolue la brillance avec la tension ?

Pour un MEB-W :
$$B = \frac{Ae}{\pi k} \sqrt{T} \exp\left(-\frac{\Phi}{kT}\right)$$

Pour un MEB-FEG :
$$B_{\max} = \frac{J_0 e V}{\pi \Delta E}$$

Pour tous les canons, la brillance est une fonction linéaire de la tension d'accélération.
Travailler à basse tension implique donc une diminution de la brillance au canon et sur l'échantillon (passage de 20kV à 2kV, Brillance divisée par 10 !), donc une perte des performances.
Les MEB-FEG garderont une avance en résolution à basse tension (très forte brillance).

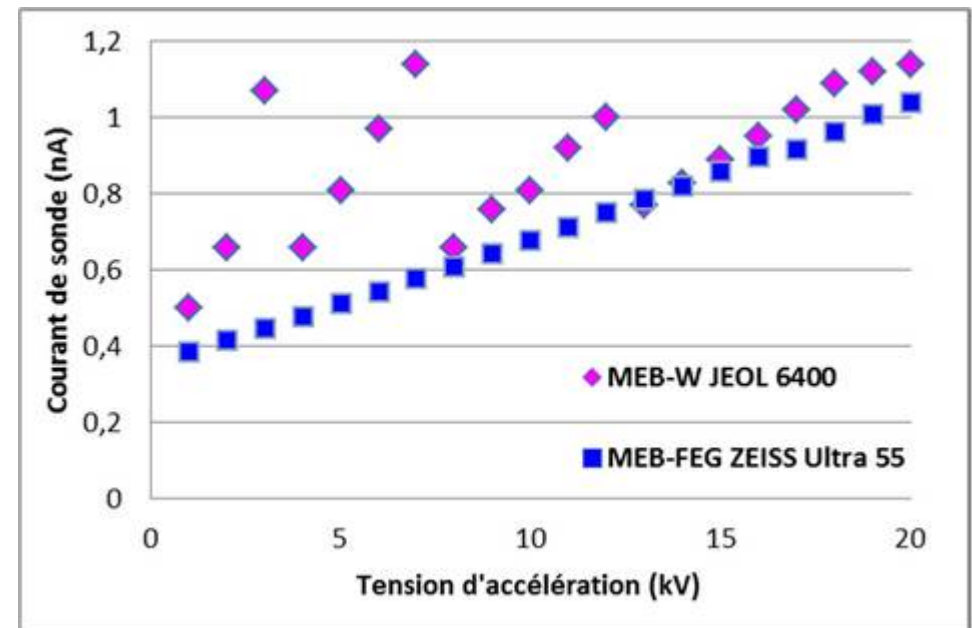
Visualisation de la baisse de brillance avec la tension par une mesure de courant ?

Mesures de courant I réalisées avec une cage de Faraday sur un MEB-W et un MEB-FEG :

- à WD constante, à diaphragme objectif fixé,
 - à excitation des lentilles fixée
- L'angle α est constant a priori.

Pour le MEB-W, les ruptures enregistrées sont liées à une modification de la résistance de polarisation au canon qui compense la perte de brillance.

Une diminution de la tension correspond à une perte de courant échantillon et donc à une diminution de la brillance.



Doc. F. Charlot

La brillance diminue avec la tension. Quid du diamètre de sonde d à basse tension ?...

Le diamètre de sonde

Quel est le rôle de la colonne sur la résolution à basse tension ?
Quel impact sur le diamètre de sonde ?

◆ Cas d'une colonne parfaite : lentilles sans aberration

$$d_{\text{sonde}} = d_{\text{gaussien}} = d_0 \times M \quad \text{avec} \quad d_0^2 = \frac{4I_0}{\pi\alpha_0^2 B} \quad \text{et } M \text{ facteur de réduction}$$

Dans un MEB – W : Diamètre de la source (~50 µm), diamètre du spot (~5 nm)
Rôle réducteur important - M voisin de 1/10000

Dans un MEB – FEG : Diamètre de la source (~10 nm), diamètre du spot (~ 1 nm)
Rôle réducteur moins important - M voisin de 1/10

◆ Cas d'une vraie colonne : prise en compte des aberrations

L'optique électronique n'est pas parfaite

⇒ sphéricité, astigmatisme, diffraction

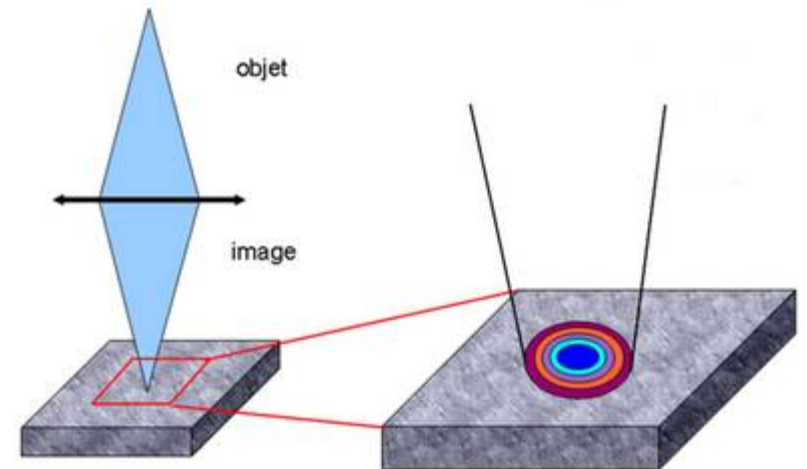
Le faisceau n'est pas parfait

⇒ chromaticité, effet Boersch

Existence de cercles de confusion dus aux aberrations

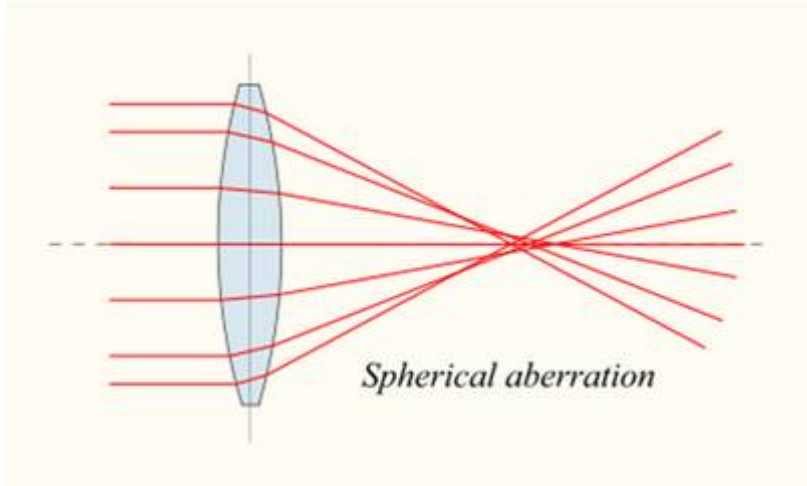
⇒ élargissement du diamètre du faisceau

$$d_{\text{sonde}}^2 = d_{\text{gaussien}}^2 + d_S^2 + d_a^2 + d_d^2 + d_C^2 + d_B^2$$



Diamètre de sonde et aberrations

Aberration sphérique



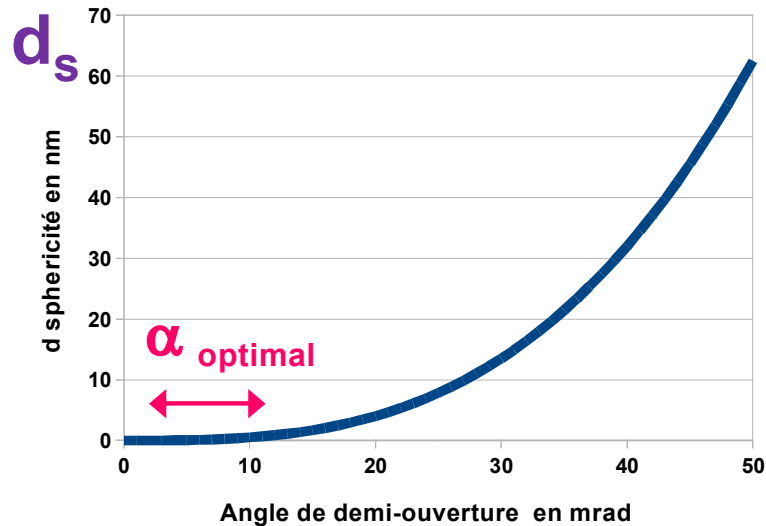
Dans une lentille électromagnétique, le champ n'est pas uniforme, il est plus faible proche de l'axe optique. Les électrons sont d'autant plus déviés, qu'ils ont une trajectoire éloignée de l'axe optique.

$$d_s = \frac{C_s}{2} \alpha^3$$

C_s : coefficient d'aberration sphérique

Lentille classique, $C_s = 10$ mm et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_s = 5$ nm

Lentille à immersion, $C_s = 2$ mm et $\alpha = 10^{-2}$ rd, $d_s = 1$ nm

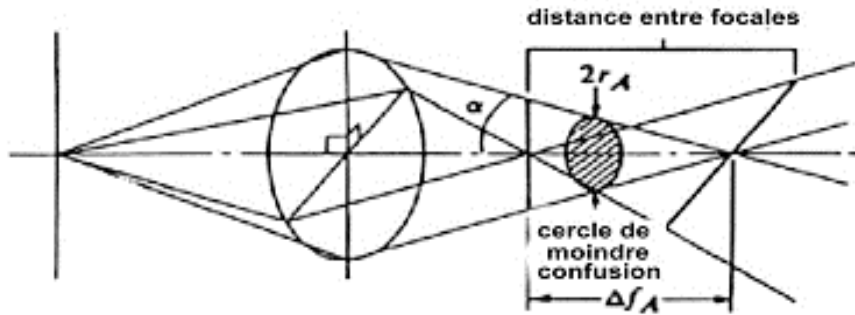


Pas de dépendance au premier ordre avec la tension d'accélération.

Limitation de d_s avec une faible ouverture de faisceau. α de l'ordre de 10^{-3} rd à 10^{-2} rd.

Diamètre de sonde et aberrations

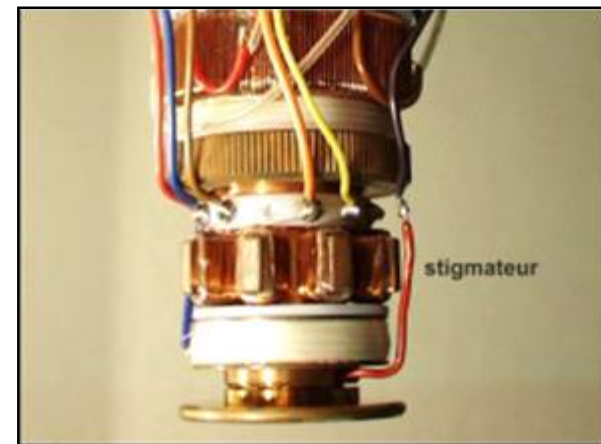
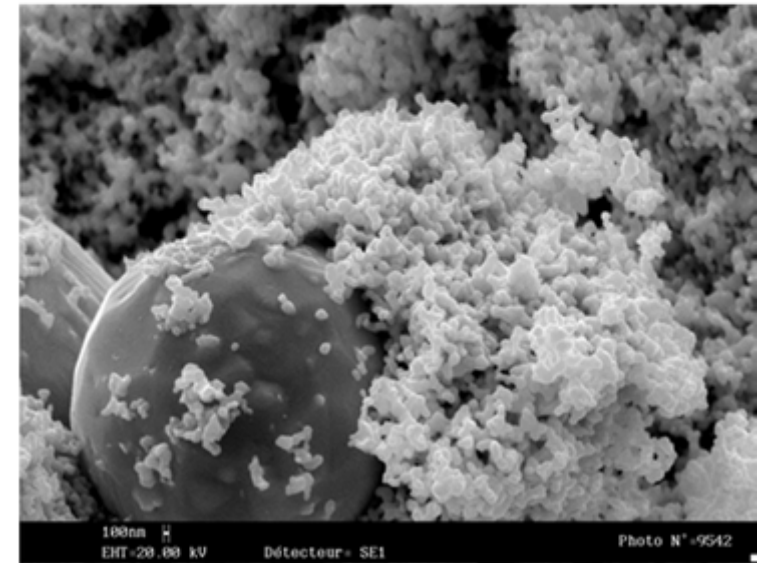
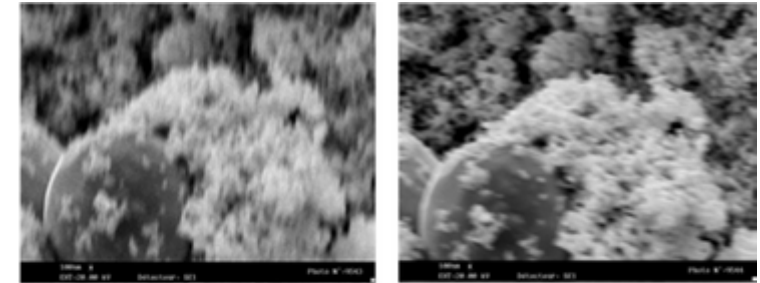
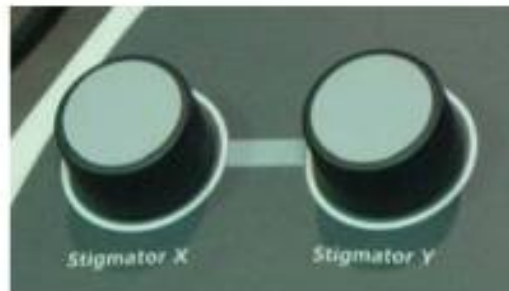
Aberration d'astigmatisme



L'astigmatisme résulte des diverses imperfections des pièces polaires, de la contamination des diaphragmes, des désalignements du faisceau...

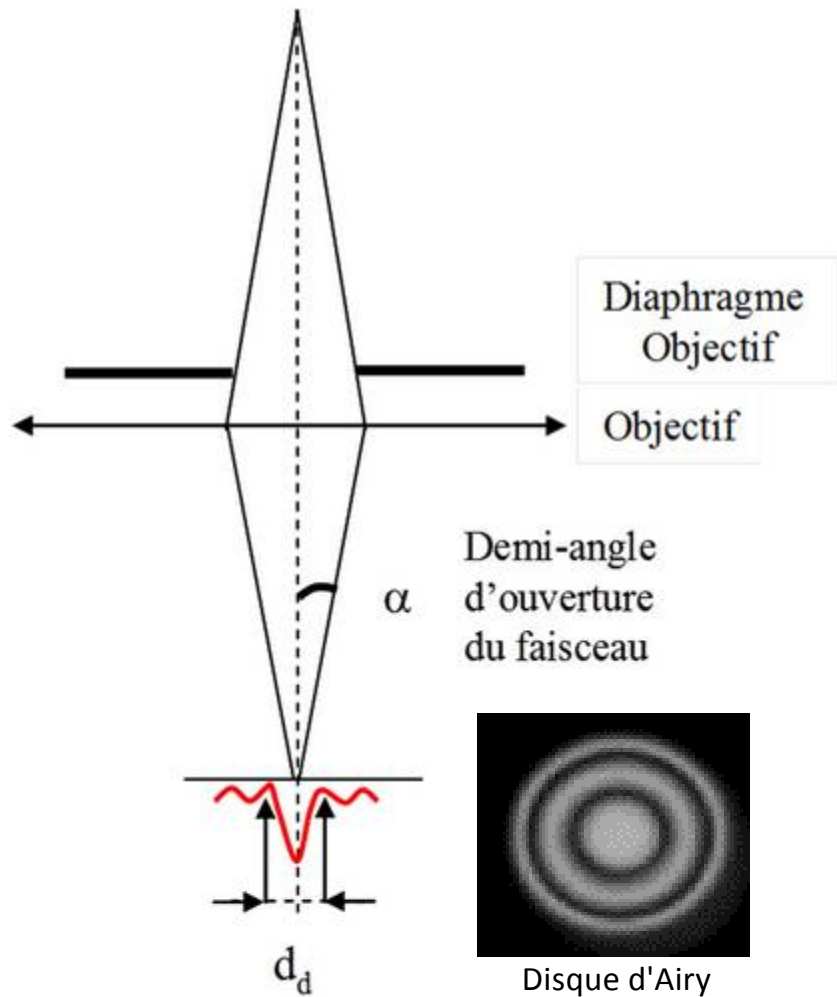
$$d_a = C_a \alpha$$

L'ensemble de la colonne peut être assimilée à une énorme unique lentille imparfaite. Cet astigmatisme global est corrigé de manière empirique grâce à un ensemble de 8 bobines « octopôle » appelé stigmatiseur.



Diamètre de sonde et aberrations

Aberration de diffraction



Le diaphragme objectif joue le rôle d'une ouverture diffractante pour l'onde associée à l'électron, surtout s'il est de faible diamètre pour réduire α pour diminuer l'aberration de sphéricité.

$$d_d = 1,22 \frac{\lambda}{\alpha}$$

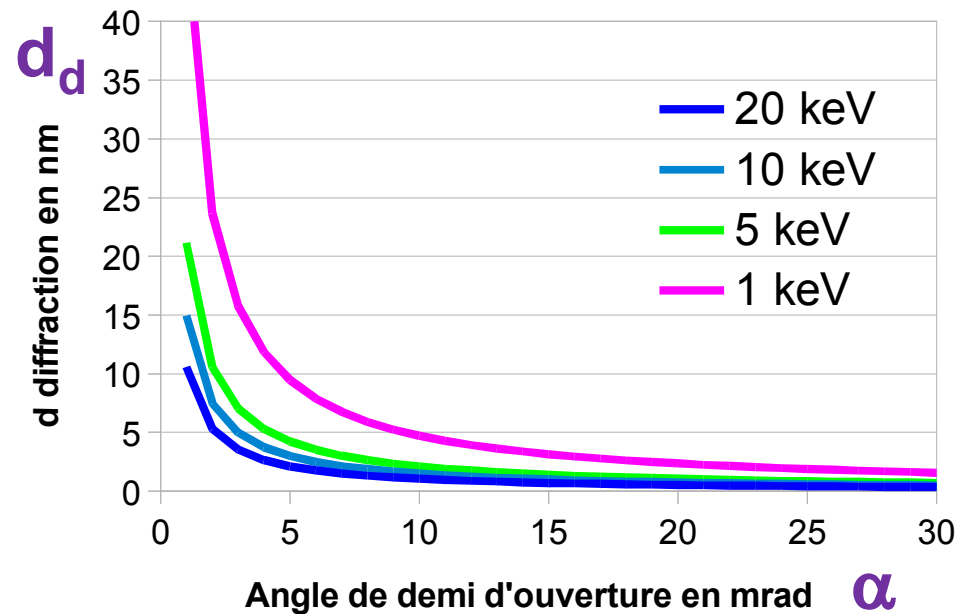
Relation onde-corpuscule :

$$\lambda = \frac{1,226}{\sqrt{E}}$$

avec λ en nm
et E en eV



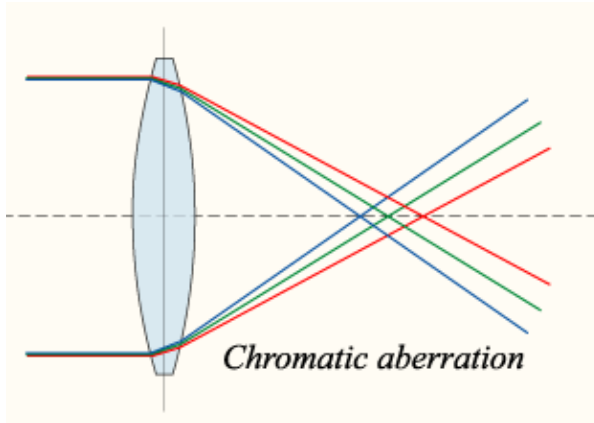
Louis de Broglie
Nobel Physique 1924



L'aberration de diffraction dépend directement de la tension d'accélération.
A basse tension, cette aberration augmente le diamètre de sonde.

Diamètre de sonde et aberrations

Aberration de Chromaticité



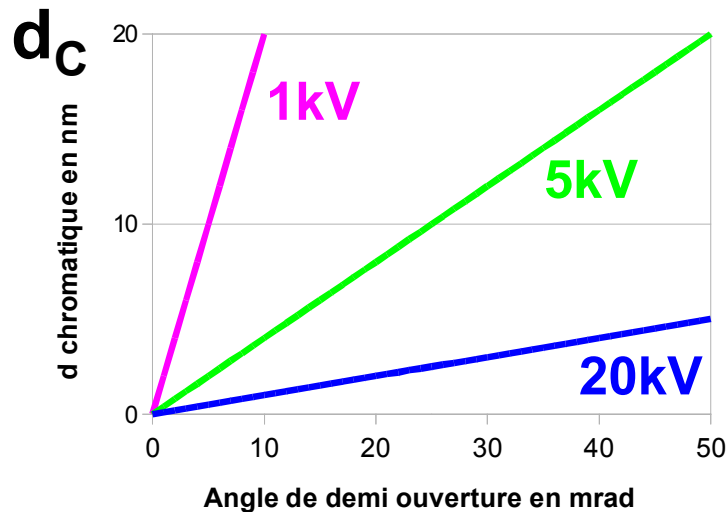
Rappel : La distance focale est proportionnelle à l'énergie des électrons incidents.

$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8mE} \int B_z^2 dz$$

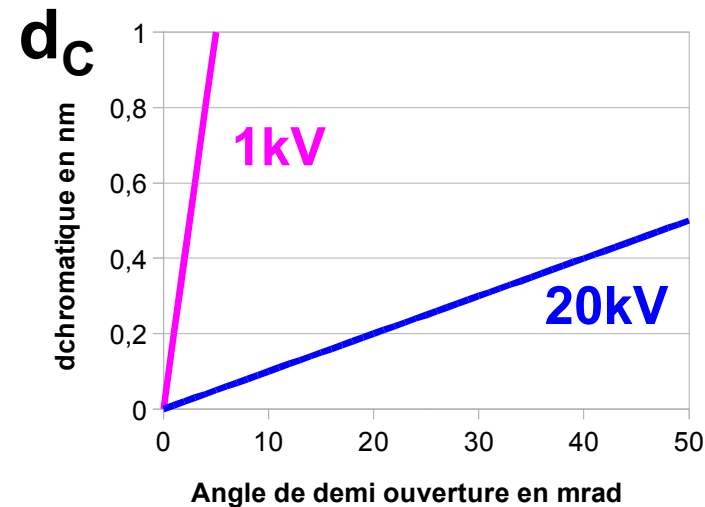
L'aberration de chromaticité est provoquée par une variation de l'énergie du faisceau due à une dispersion énergétique de la source et éventuellement à des instabilités de la haute tension.

$$d_c = C_c \frac{\Delta E}{E} \alpha \quad C_c: \text{coefficient d'aberration chromatique}$$

Cas d'un MEB W ($\Delta E=2\text{eV}$)



Cas d'un MEB FEG Tunnel ($\Delta E=0.2\text{eV}$)



Calculs avec $C_c=1\text{mm}$

L'aberration de chromaticité dépend directement de la tension d'accélération.
A basse tension, la chromaticité devient prédominante sur la sphéricité.

Diamètre de sonde et aberrations

Effet répulsif ou effet Boersch

Lorsque la densité électronique devient importante, un effet répulsif peut apparaître entre les électrons, entraînant un élargissement de faisceau. C'est l'effet Boersch.

$$d_B = C_B \frac{I^{\frac{2}{3}} L^{\frac{2}{3}}}{V^{\frac{4}{3}} \alpha^{\frac{4}{3}}}$$

L : longueur de la colonne électronique

I : intensité du faisceau

V : tension d'accélération

Cette aberration intervient préférentiellement avec un faisceau d'électrons issu d'un canon à effet de champ (MEB-FEG), car la densité de courant est très importante.

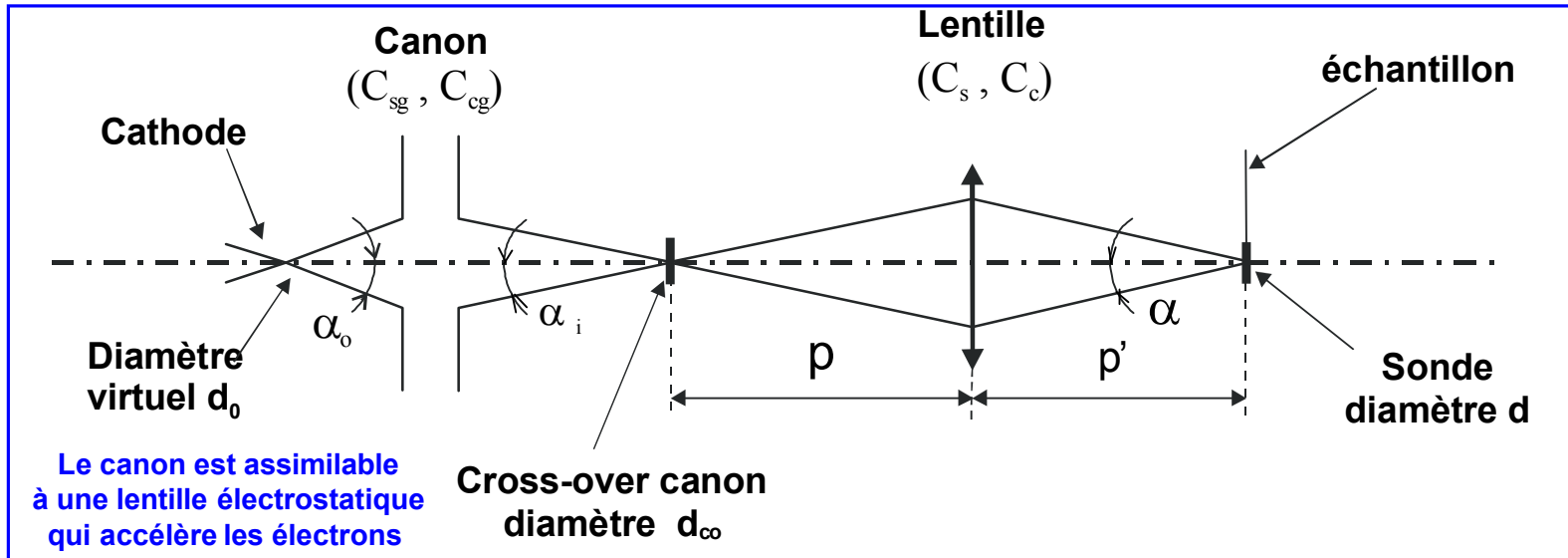
Cet effet de répulsion a lieu principalement au niveau des cross-over dans la colonne.

L'effet Boersch a une dépendance directe avec la tension d'accélération.

L'effet est plus important à basse tension.

Le diamètre de sonde

Modèle simplifié d'un canon et d'une lentille



en posant

$$d_{CO} = d_0 \frac{\alpha_0}{\alpha_i} k^{-1/2}$$

$$k = \frac{V}{V_0}$$

$$d_{sonde}^2 = d_{gaussien}^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_d^2 + d_B^2$$

$$d^2 = M^2 d_0^2 + \frac{1}{4} \left(C_{sg} M^4 k^{\frac{3}{2}} + C_s \right)^2 \alpha^6 + \left(C_{cg} M^2 k^{\frac{3}{2}} + C_c \right)^2 \left(\frac{\Delta E}{E} \right)^2 \alpha^2 + \left(1,22 \frac{\lambda}{\alpha} \right)^2 + d_B^2$$

Dans un MEB – W :

Diamètre de la source (~50 µm), diamètre du spot (~5 nm)

Rôle réducteur important - M voisin de 1/10000

Les aberrations du canon sont négligeables par rapport à celles des lentilles

Dans un MEB – FEG :

Diamètre de la source (~10 nm), diamètre du spot (~ 1 nm)

Rôle réducteur moins important - M voisin de 1/10

Les aberrations du canon sont prépondérantes

Nécessité de conserver α petit pour limiter d_s et d_c devant $d_{gaussien}$

Premiers constats ...

Travailler à basse tension en MEB implique :

⇒ une baisse de la brillance B

⇒ une diminution du rapport signal sur bruit,

◆ si on augmentait α pour gagner en courant de sonde :

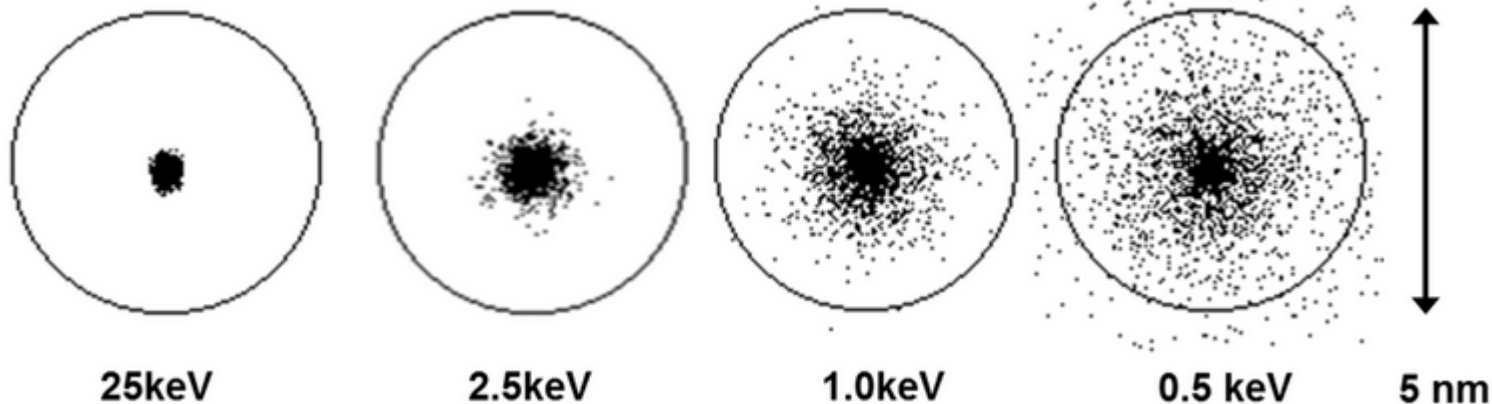
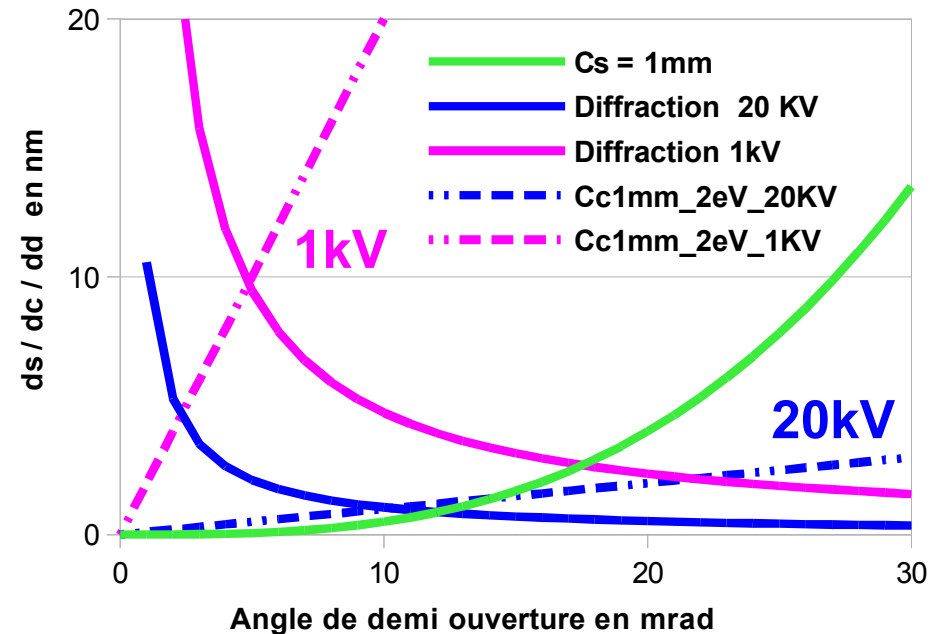
⇒ une augmentation importante des aberrations chromatique, diffraction, charges d'espace ...

⇒ on cherche à maintenir α faible, dans une certaine limite !

⇒ une perte de résolution

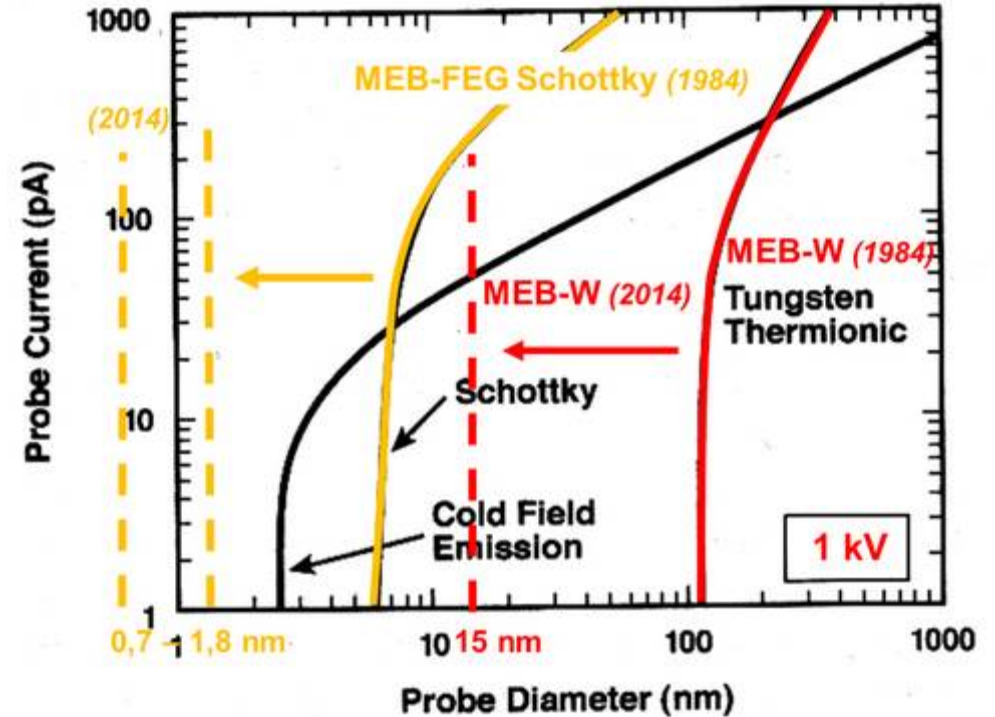
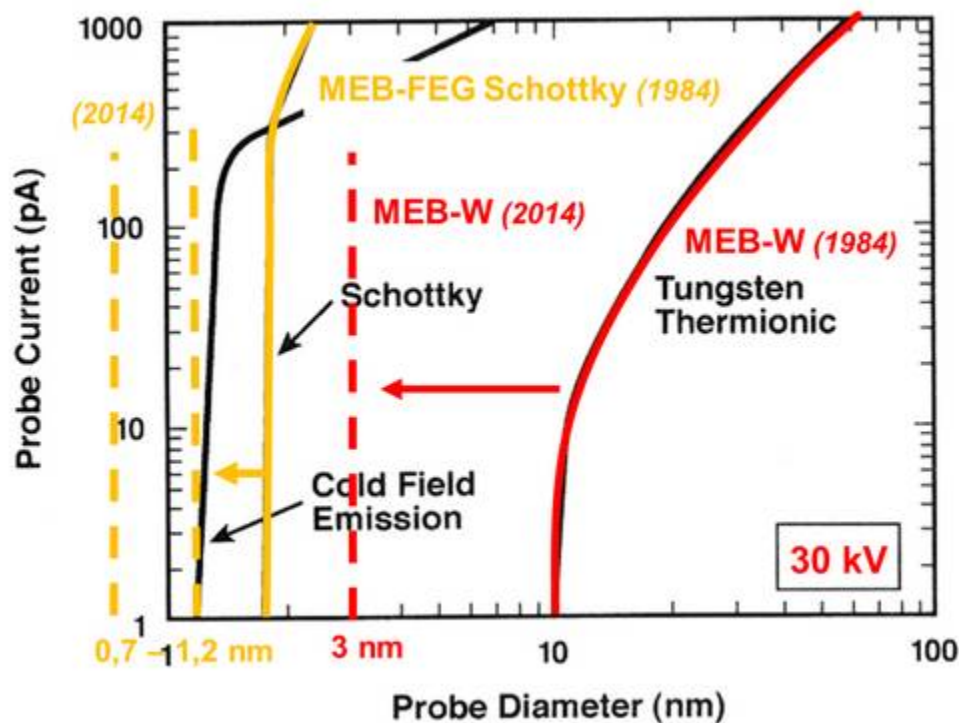
◆ détérioration des performances des MEB-W mais aussi des MEB-FEG

◆ Les MEB-FEG gardent une meilleure résolution
Cf les développements techno. des constructeurs



Simulation numérique de Kenway-Cliff de la dispersion des électrons primaires en raison des effets d'aberration en fonction de la tension (Cs 3mm, Cc 3mm, α $7 \cdot 10^{-3}$ rads) cité dans Travaux. D. Joy (2005)

Résolution des MEB à basse tension



Les performances des MEB-W^(*) et des MEB-FEG se sont beaucoup améliorées, notamment à basse tension.

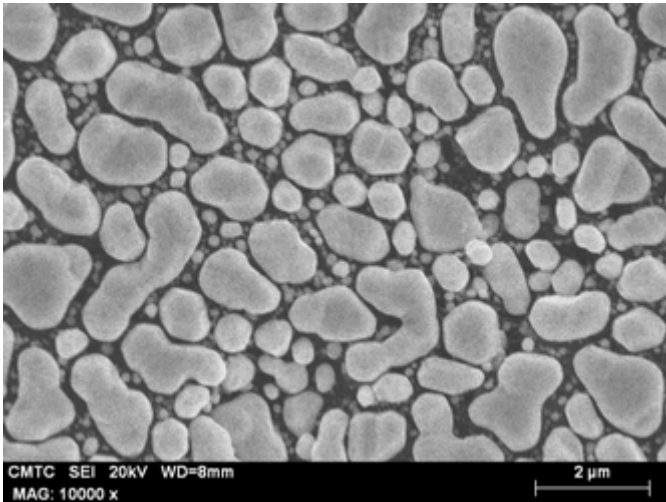
Les performances en résolution des MEB-FEG restent néanmoins supérieures au MEB-W aussi bien à haute tension qu'à basse tension. Les MEB-FEG atteignent aujourd'hui des résolutions sub-nanométriques, grâce à de nombreux développements technologiques !

Les MEB-W fonctionnent aujourd'hui à basse tension jusqu'à des grossissements de $\times 10\ 000$ à $\times 50\ 000$ (réf polaroid). Résolution de 8nm à 3kV en 2014 équivalente à la résolution à 30kV en 1984 !!!

() Les progrès des MEB-W sont dûs à des lentilles objectif plus coniques, des WD plus faibles, des scintillateurs à plus grande surface dans le détecteur Everhart & Thornley, des détecteurs BSE plus efficaces*

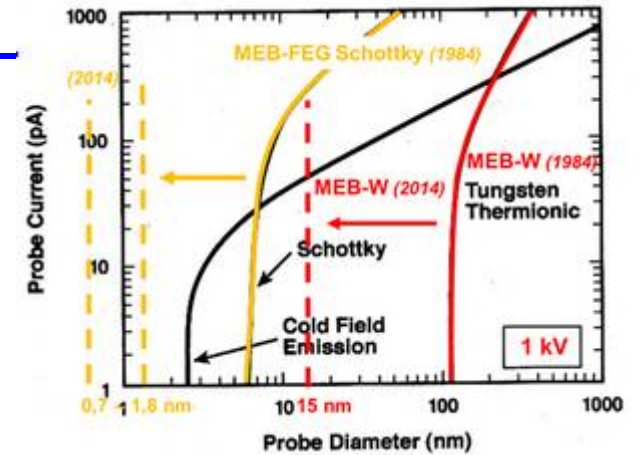
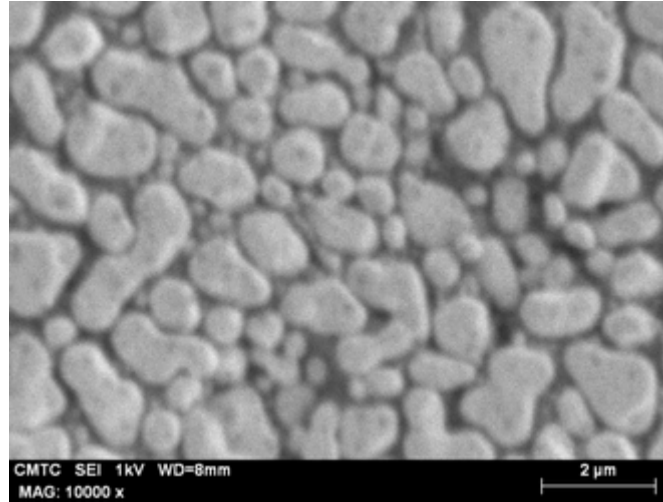
Résolution des MEB-W à basse tension

MEB-W (1986) 20kV x10K



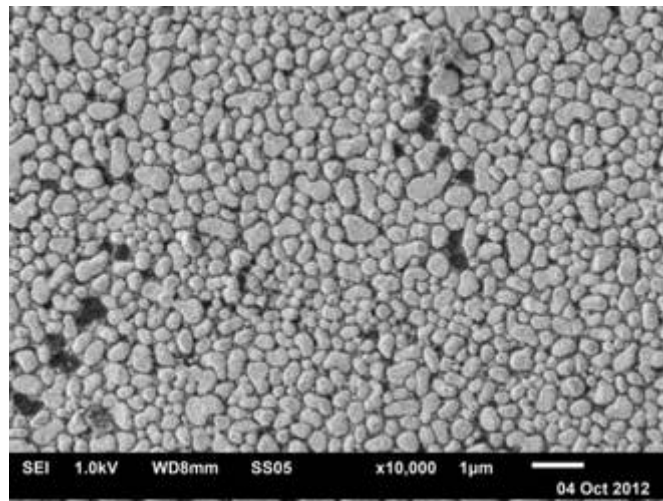
MEB-W (1986) Jeol JSM 6400 – Images F. Roussel

MEB-W (1986) 1kV x10K

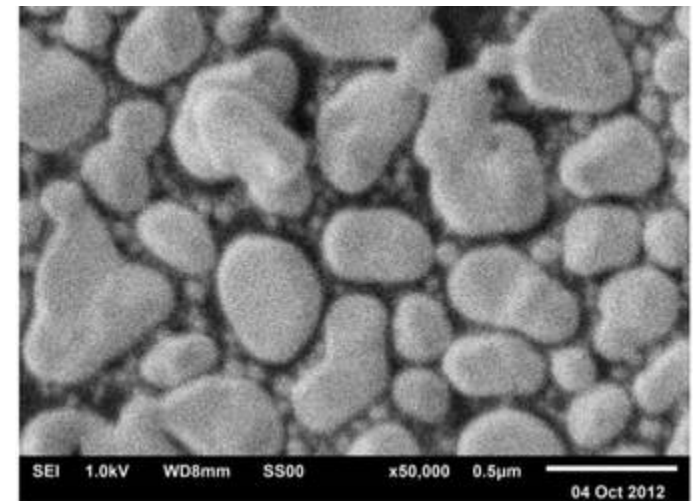


Les **MEB-W** ont fait des progrès considérables. Ils fonctionnent aujourd'hui à basse tension jusqu'à des grandissements de x 10 000 à x50 000 (réf polaroid).

MEB-W (2012) 1kV x10K



MEB-W (2012) 1kV x50K

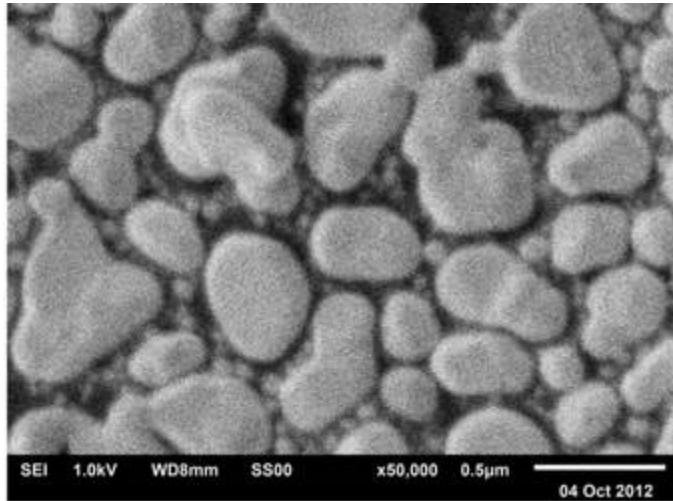


MEB-W (2012) Jeol JSM 6610 LV – Images F. Charles

Comparaison des MEB-W et des MEB-FEG à basse tension

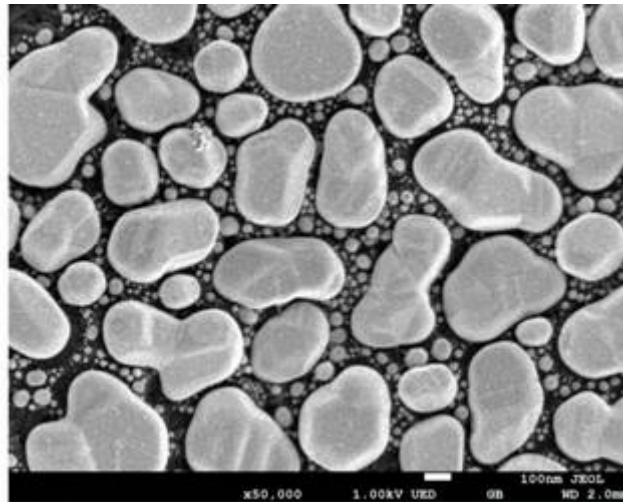
Les performances en résolution des MEB-FEG restent supérieures au MEB-W à 1kV (ici à x50K).

MEB-W (2012) 1kV x50K

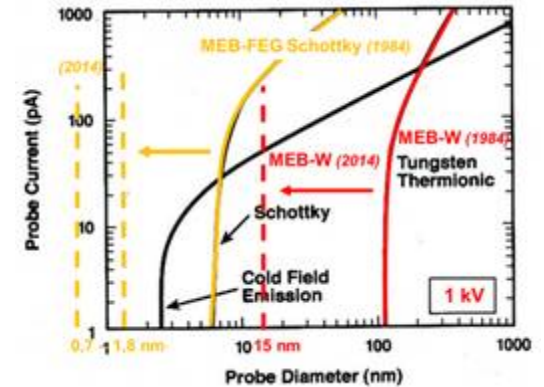


Jeol JSM 6610 LV – Image F. Charles

MEB FEG W-ZrO (2012) 1kV x50K

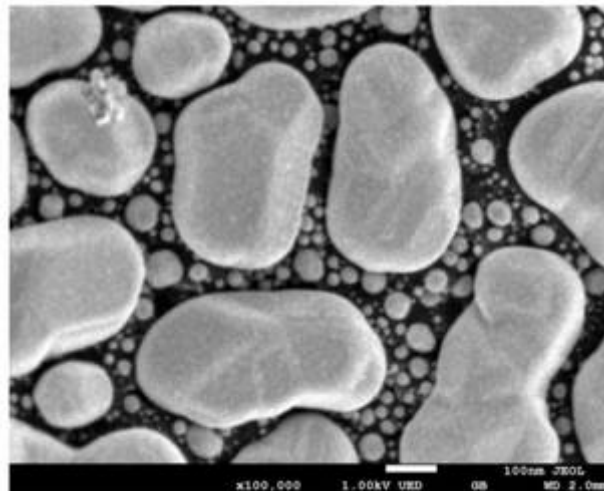


Jeol JSM 7800F – Image F. Charles

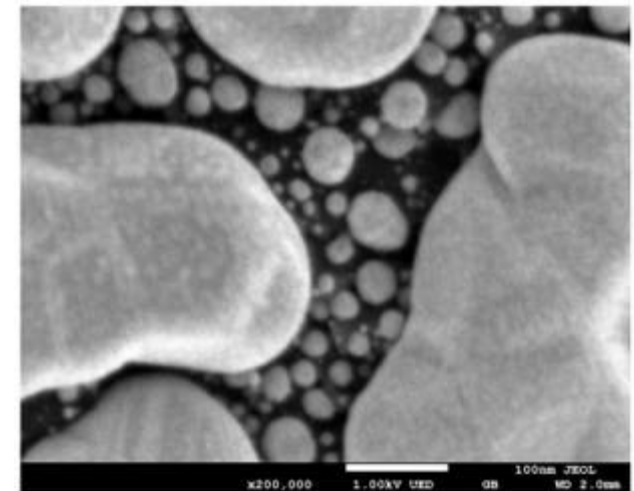


Les MEB-FEG permettent à 1kV des images à des grossissements supérieurs (ici x100K et x200K).

FEG W-ZrO (2012) 1kV x100K et x200K

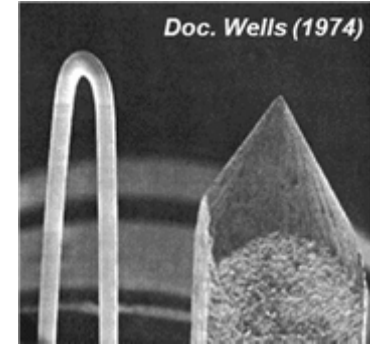


Jeol JSM 7800F – Images F. Charles



Cas particulier des MEB LaB₆ à basse tension

Les performances des MEB-LaB₆ ont toujours été supérieures à celles des MEB-W en terme de brillance, de taille de sonde donc de résolution. Les progrès des MEB-LaB₆ ont donc suivi ceux des MEB-W, notamment à basse tension.

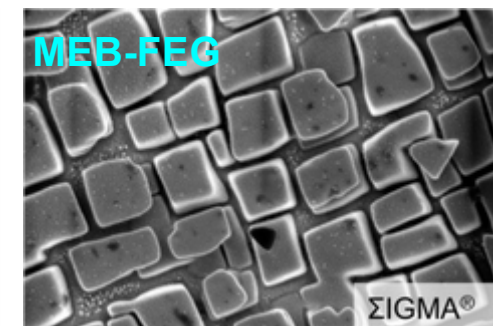
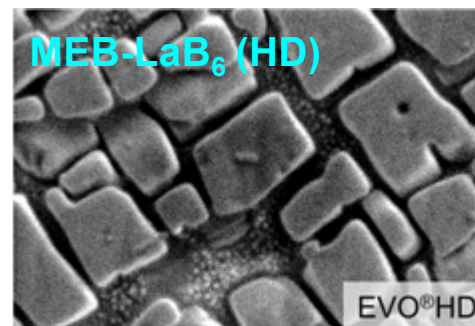
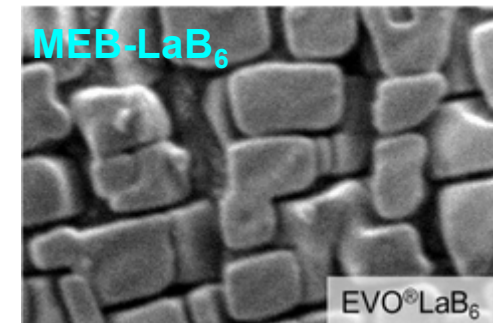
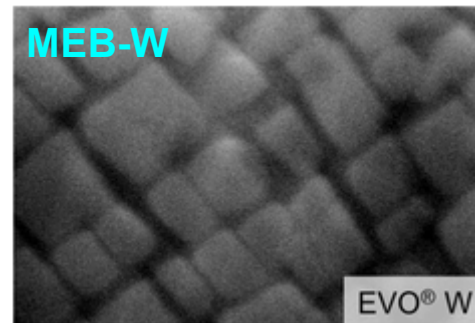
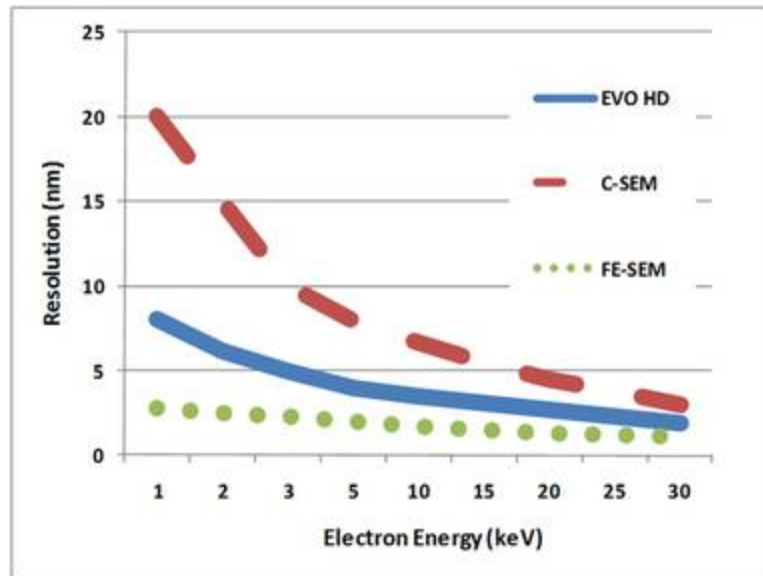


Exemple de résolution à 3kV

Tescan Vega (W) 8nm, Tescan Vega (LaB₆) 5nm

Exemple de résolution à 1kV

Zeiss Evo (W) 20nm, Zeiss Evo (LaB₆) 15nm, Zeiss Evo (HD^(*)) 8nm



Documents Zeiss (Images à 1kV x35K)

(*) HD Nouveau canon LaB₆ avec un courant accru à petite taille de sonde

Les solutions technologiques pour la basse tension

Rappel des constats précédents,

Travailler à basse tension en MEB implique :

- ⇒ une **baisse de la brillance B**
- ⇒ une **augmentation du diamètre de sonde d**

Quelles sont les solutions développées par les constructeurs ?

Essentiellement des solutions adaptées pour les MEB-FEG

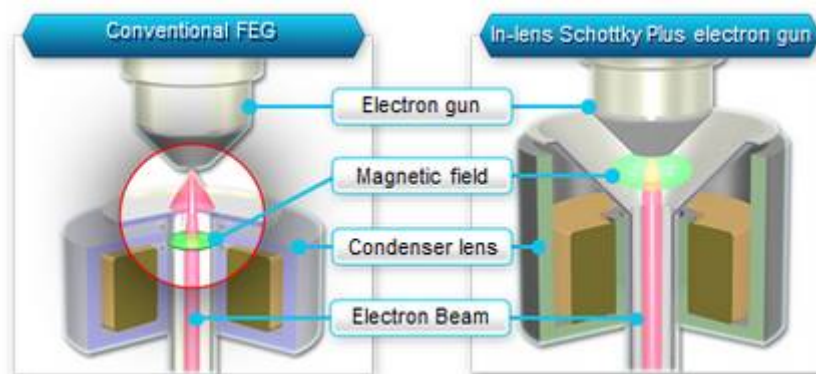
- **Des solutions pour augmenter la brillance ou le courant en maintenant une bonne résolution,**
- **Des solutions pour diminuer le diamètre de sonde en limitant les aberrations,**
- **Des solutions pour diminuer le diamètre de sonde en corrigeant les aberrations**

Les solutions pour augmenter la brillance à basse tension

Nouvelle approche pour limiter la perte de courant quelque soit la tension :

- ◆ **Cathode Schottky en immersion** : la cathode est placée dans le champ magnétique du 1er condenseur avec de faibles aberrations.

Brevet JEOL



- ◆ Canon associé à **une lentille supplémentaire dite ACL** (aperture control lens). La gestion des lentilles condenseurs et ACL est optimisée pour mieux contrôler la taille de sonde à fort courant en particulier à basse tension dans la gamme 1 à 5 kV et ainsi maintenir une taille de sonde petite.

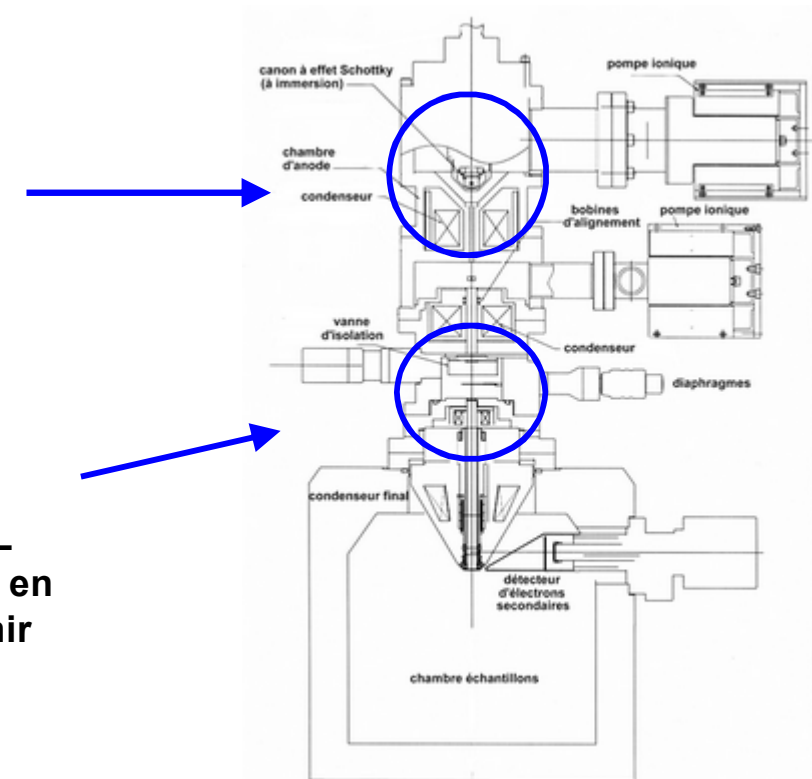
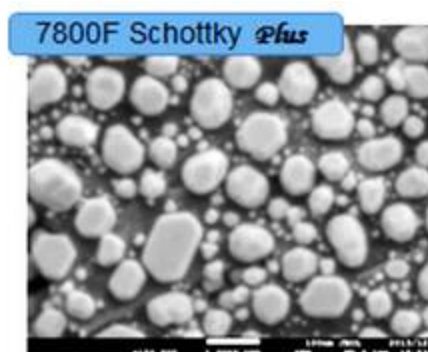
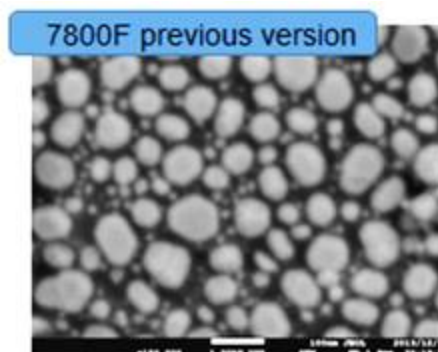


Schéma du Jeol 7000 F

Des progrès en continu :

Ex : Jeol 7800F
Grains Au
1kV – x 100 K
Même fort courant



Les solutions pour augmenter le courant à basse tension

Nouvelle approche pour limiter la perte de courant :

◆ Cathode Tunnel stabilisée en courant :

- la cathode froide a intrinsèquement une forte brillance et une faible dispersion en énergie (faible aberration chromatique),
- le courant est ici stabilisé par des flashes réguliers automatiques de la pointe (Nouvelle Technologie Hitachi)
 - imagerie immédiate après le flash
 - pas de désalignement de la colonne
 - bonne stabilité de courant de sonde < 3%/2h
 - 2 fois plus de courant pour les applications analytiques

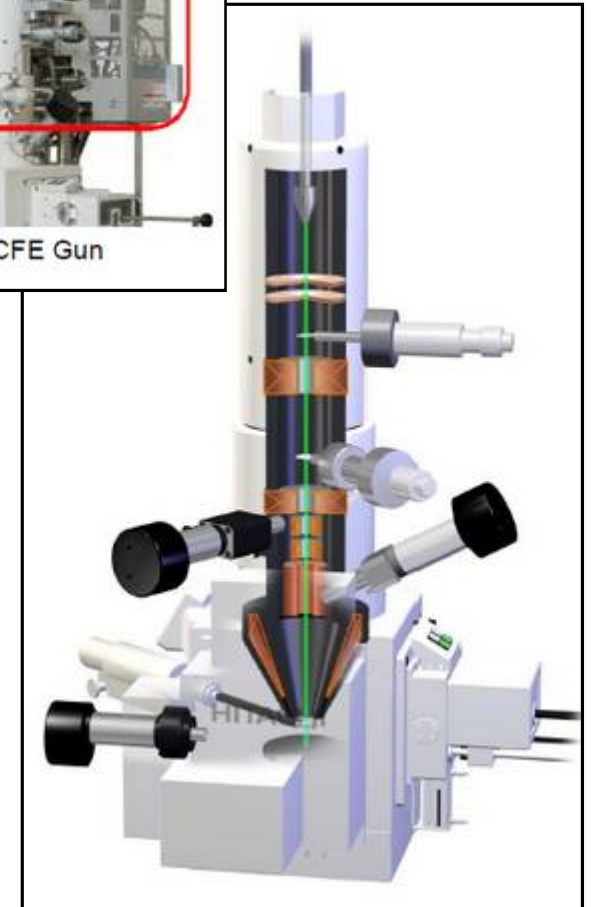
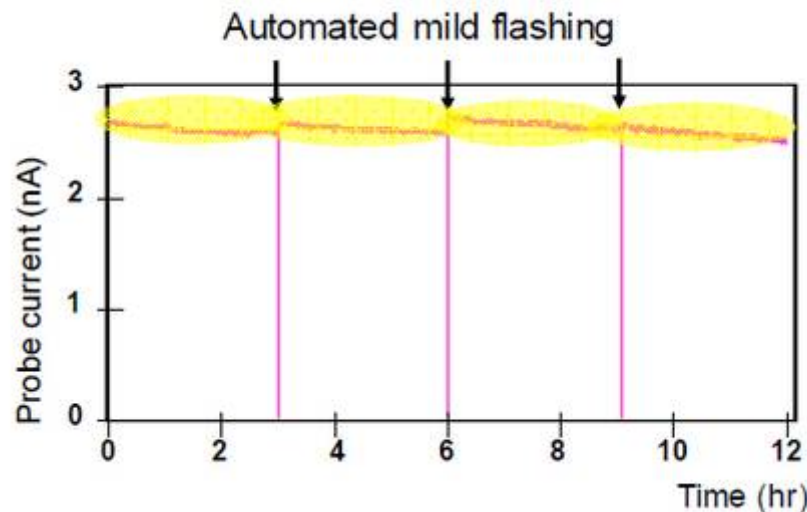


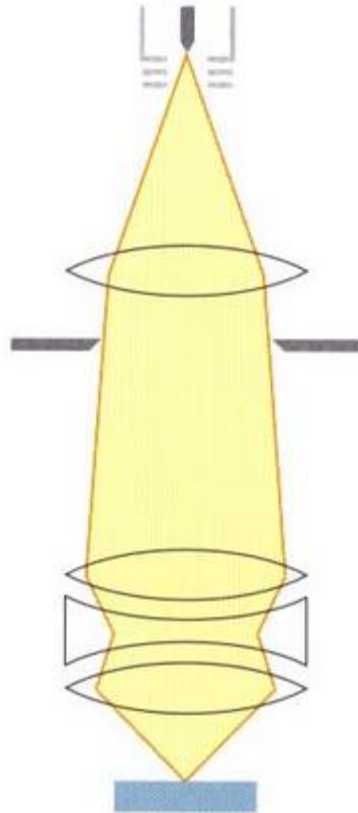
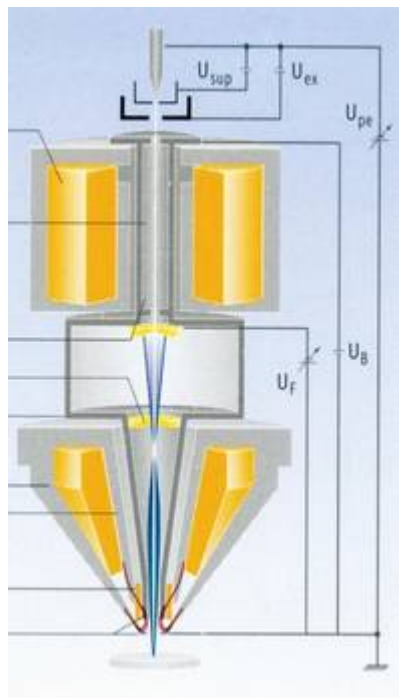
Schéma du Hitachi SU8200

Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

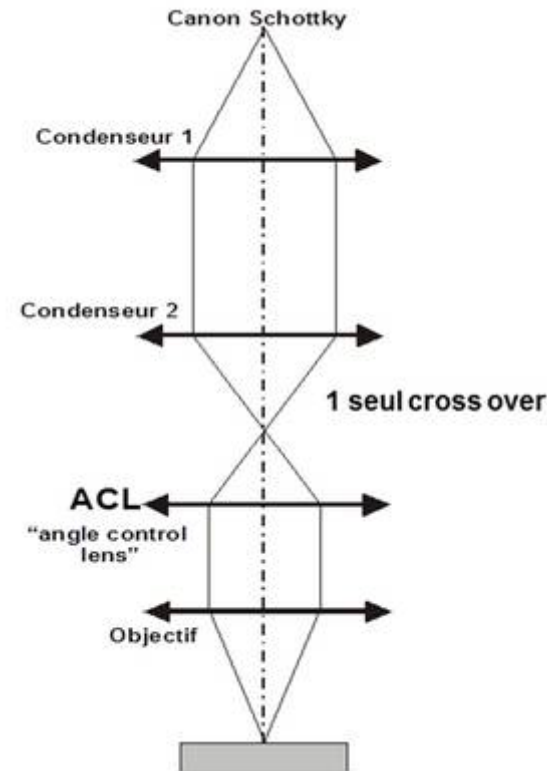
Limiter l'effet Boersh

effet répulsif des électrons dans un faisceau de très faible diamètre
aberration de charges d'espace dans les colonnes de MEB FEG

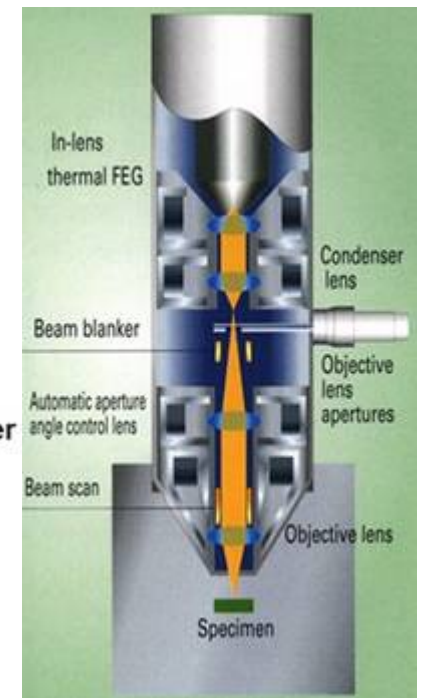
L'effet Boersh est particulièrement marqué au niveau des cross-over,
Limitation du nombre de cross-over dans la colonne.



Pas de cross-over



1 seul cross-over

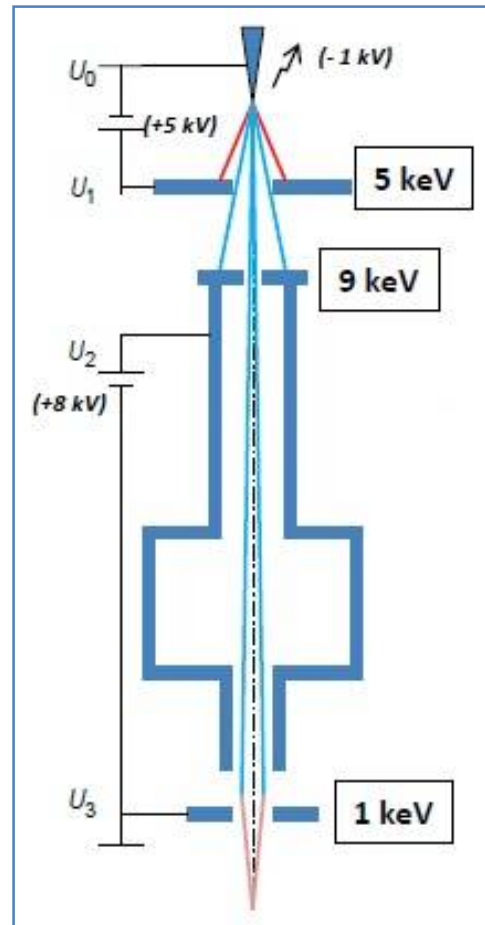
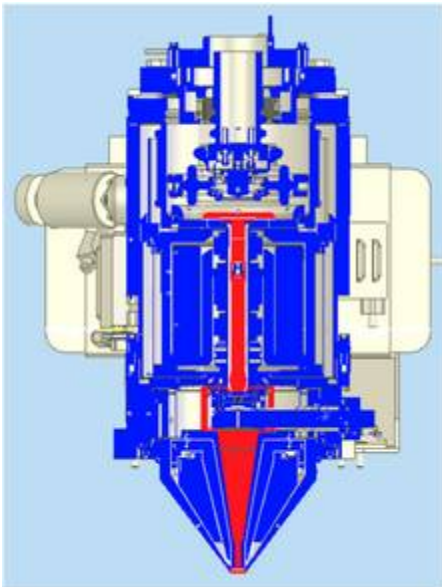


Documents ZEISS, JEOL

Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

1 - La post-accélération

Faire parcourir aux électrons la colonne des MEB-FEG à une tension élevée,
Ralentir les électrons en sortie de colonne par une lentille décélératrice.



Le Booster, utilisé jusqu'à une haute tension de 20 kV, permet d'accélérer les électrons de l'anode à la lentille finale de +8kV.

Au niveau de la lentille finale, ils sont décélérés.

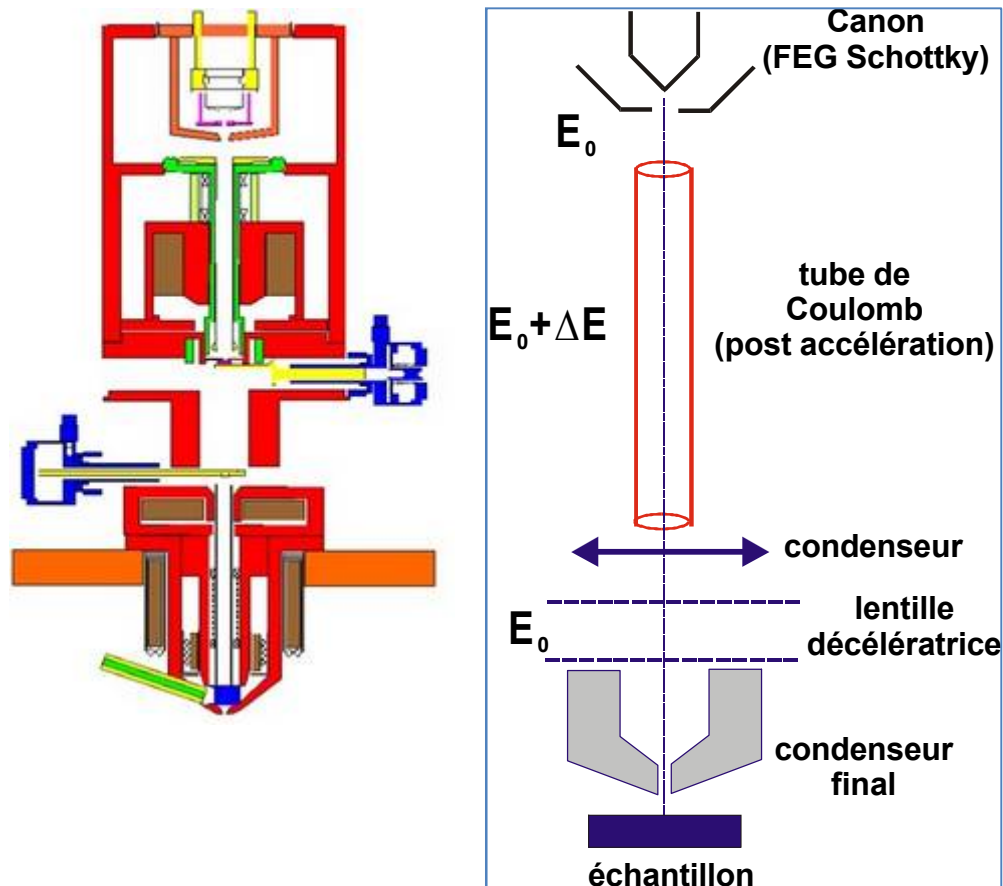
Ainsi les électrons parcourent la colonne avec une énergie importante (ce qui limite les aberrations) puis sont ralentis jusqu'à ce qu'ils atteignent la faible énergie souhaitée.

Ce principe a été adopté par ZEISS sur la colonne Gemini des Supra, Ultra et Merlin.

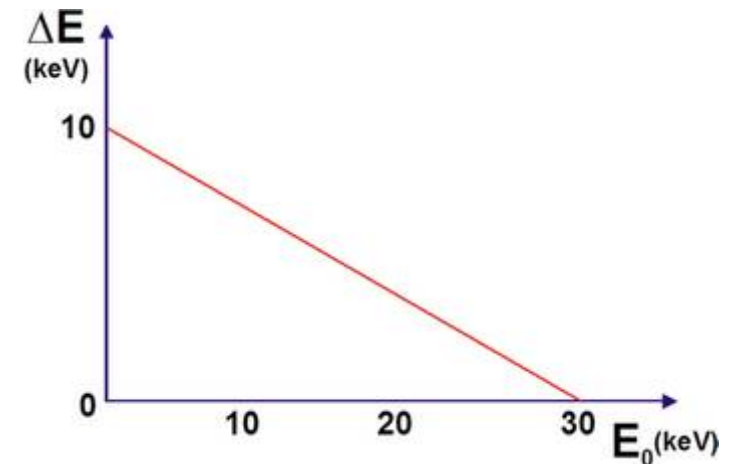
Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

1 - La post-accélération (suite)

Faire parcourir aux électrons la colonne des MEB-FEG à une tension élevée,
Ralentir les électrons en sortie de colonne par une lentille décélératrice



Les électrons subissent une post-accélération à l'entrée du tube de Coulomb $\Delta E = 10 - 0,33E_0$ et sont décélérés par la lentille finale hexalens.

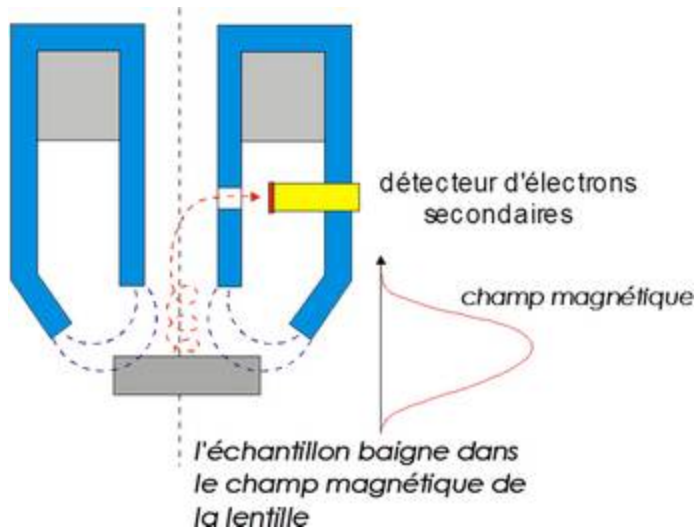


Ce principe a été adopté par FEI sur la colonne du XL30FEG puis du Sirion et des générations successives.

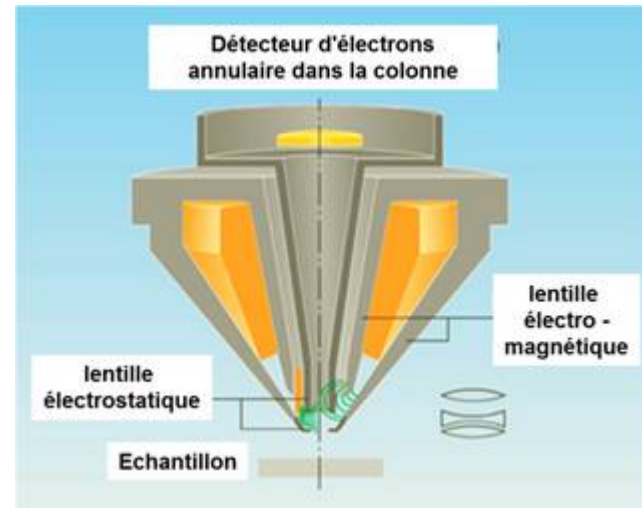
Le booster et le tube de Coulomb permettent de maintenir un niveau d'aberrations acceptable.

Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

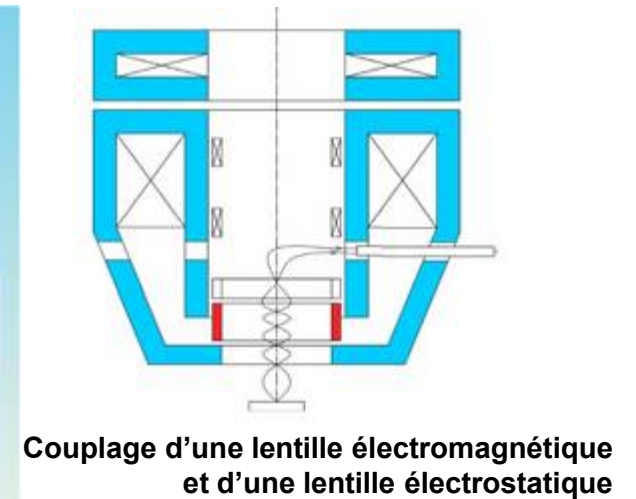
Utilisation d'une lentille finale sophistiquée



lentille à immersion (Doc. FEI)



Lentilles hybrides (Doc. Zeiss et Tescan)



Intérêt de ces lentilles :

Réduire au maximum la WD

Excitation maximale de la lentille objectif

Réduction des coefficients d'aberrations sphériques et chromatiques

Possibilité de filtrer les électrons d'ordre 1 et d'ordre 2 pour un gain en résolution

Conséquence :

Attirer les électrons émis vers un détecteur situé dans la colonne
(Cf Exposé sur la Détection par F. Charlot)

Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

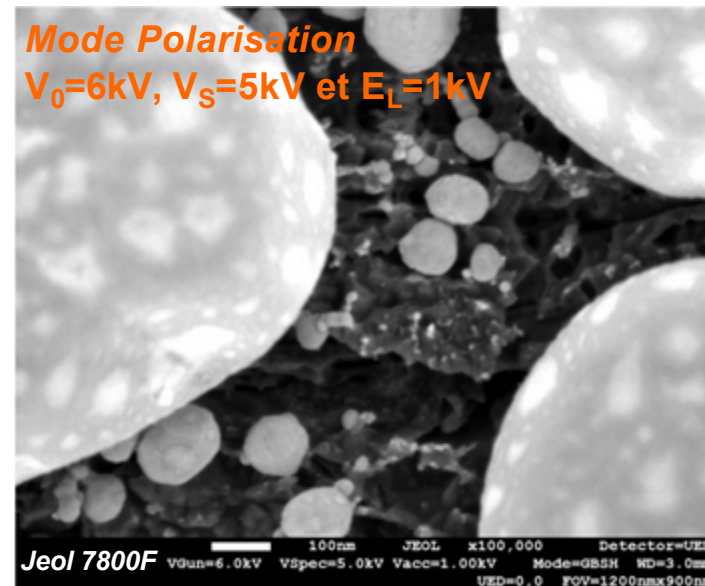
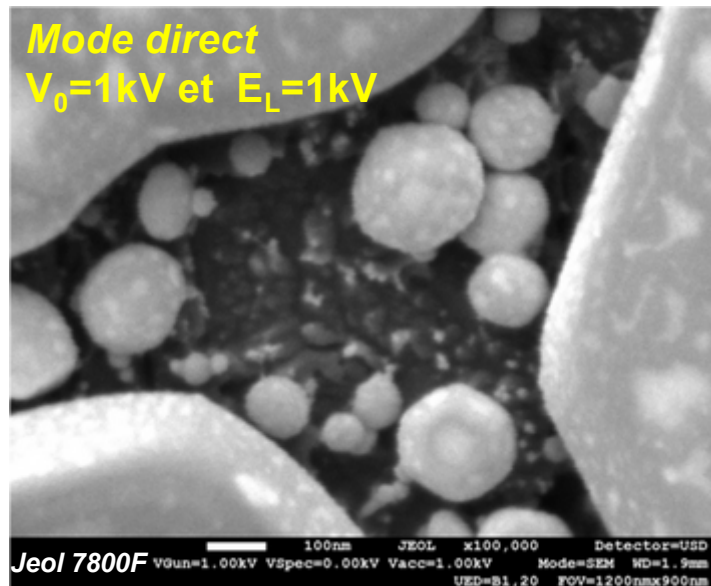
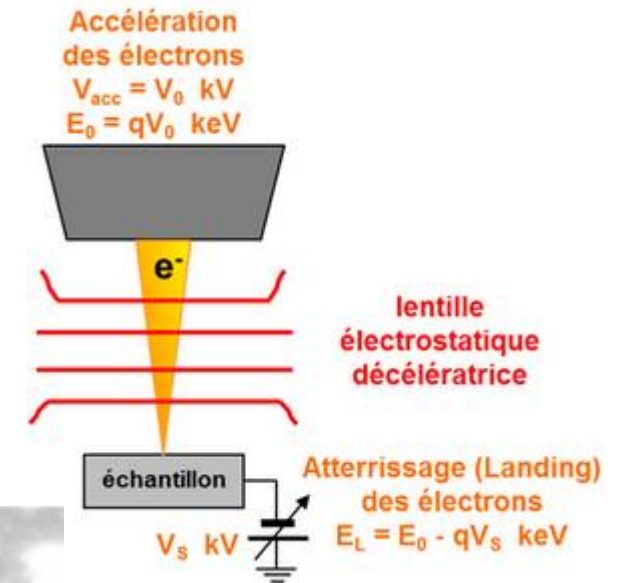
2 – La polarisation d'échantillon

Faire parcourir aux électrons la colonne des MEB-FEG à une tension élevée, Ralentir les électrons par une polarisation négative de l'échantillon.

L'application de la polarisation de l'échantillon V_S permet de ralentir les électrons en sortie de colonne pour atteindre la basse tension E_L souhaitée (tension d'atterrissage). On bénéficie d'une plus haute tension V_0 pour la formation d'une sonde avec une meilleure résolution.

Exemple :

Une haute tension V_0 de 6kV associée à une polarisation V_S de -5kV permet l'obtention d'une image à $E_L=1kV$ avec une résolution similaire à celle de 5kV.

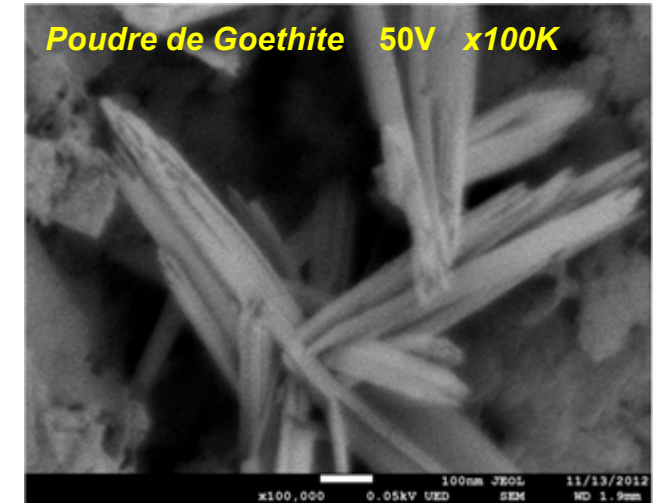
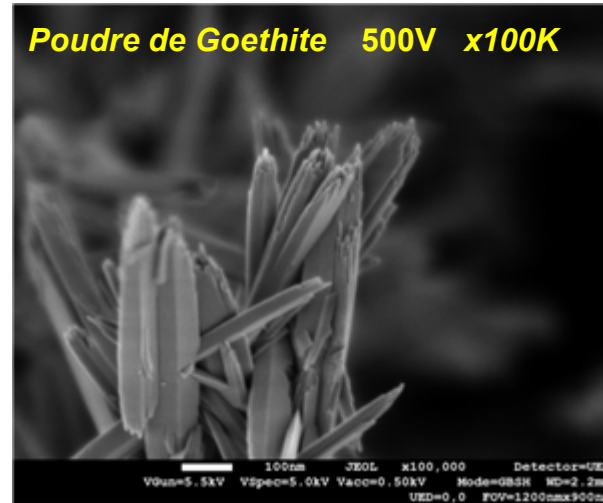
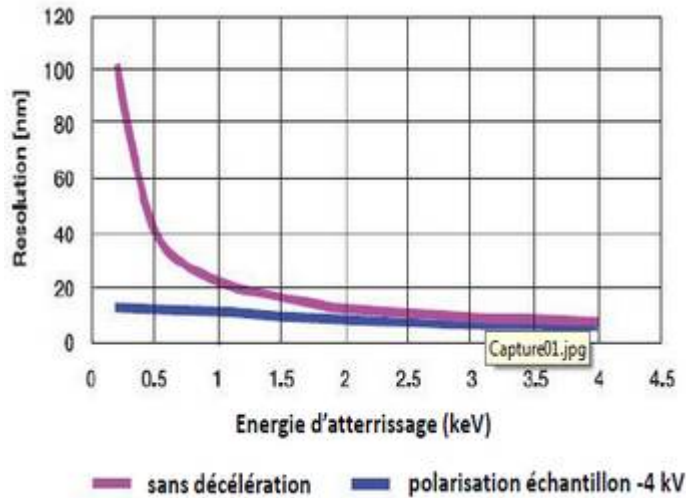


Méthode initialement implantée sur les FEG Jeol (gentle beam) et Hitachi (beam deceleration) puis adoptée par FEI et Tescan.

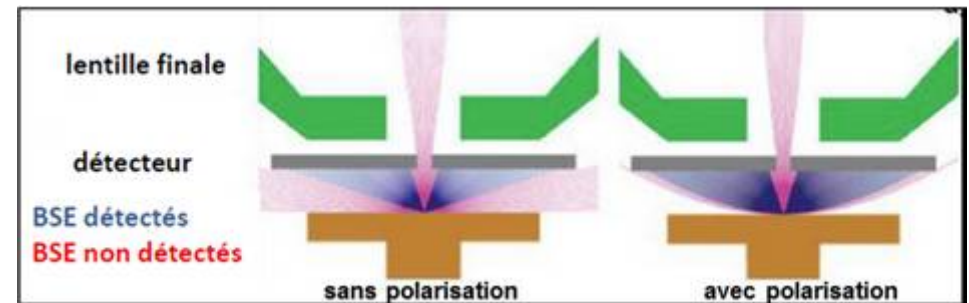
Les solutions technologiques pour limiter les aberrations

2 – La polarisation d'échantillon

Cette technique permet de conserver une excellente résolution même à très faible énergie.



La polarisation échantillon agit sur les électrons primaires mais modifie également la trajectoire des électrons secondaires et rétrodiffusés en les accélérant...



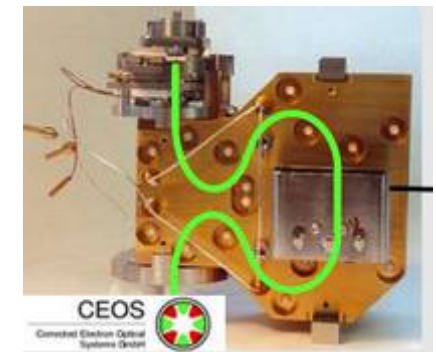
L'échantillon devient partie intégrante du système optique électronique. Pour éviter des distorsions d'image, la surface observée de l'échantillon ne doit pas perturber le champ électrique local résultant de la polarisation. Il faut éviter les échantillons à forte rugosité, les échantillons inclinés ou à bords abruptes.

Cette technologie est aussi proposée sur les MEB-W pour améliorer l'imagerie à basse tension.

Les solutions technologiques pour corriger les aberrations

Corrected Element	Productivity	Resolution	Analytics	System
Energy filter	In-column filter		EELS, ESI	TEM
Monochromator	In-column filter	Decrease of energy spread	ELNES	TEM
Multipole Corrector Cs	Increased current enlarged aperture α	Spherical aberration Point resolution down to information limit	No de-localization Phase contrast microscopy	TEM
Multipole Corrector Cs/Cc	Enlarged analytical gap of objective lens	Chromatic aberration Low energy TEM	Imaging of multiple scattered electrons Short depth of focus Single atom spectroscopy	TEM / SEM
Mirror Corrector Cs/Cc	Increased current No specimen preparation in comparison to TEM	Chromatic aberration Ultra low energy SEM	Enhanced contrast Low voltage contrast	SEM
Beam splitter	Enhanced signal to noise	Prerequisite for mirror corrector	Secondary electron spectroscopy	SEM

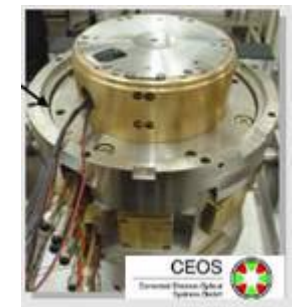
Documents M. Steigenwald, Zeiss



Corrected Monochromator (TEM)



Illumination Corrector (TEM)

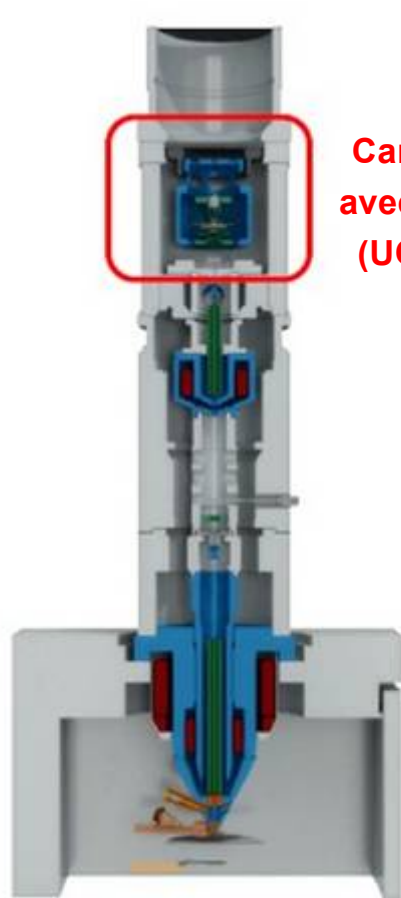


Imaging Corrector r (TEM)

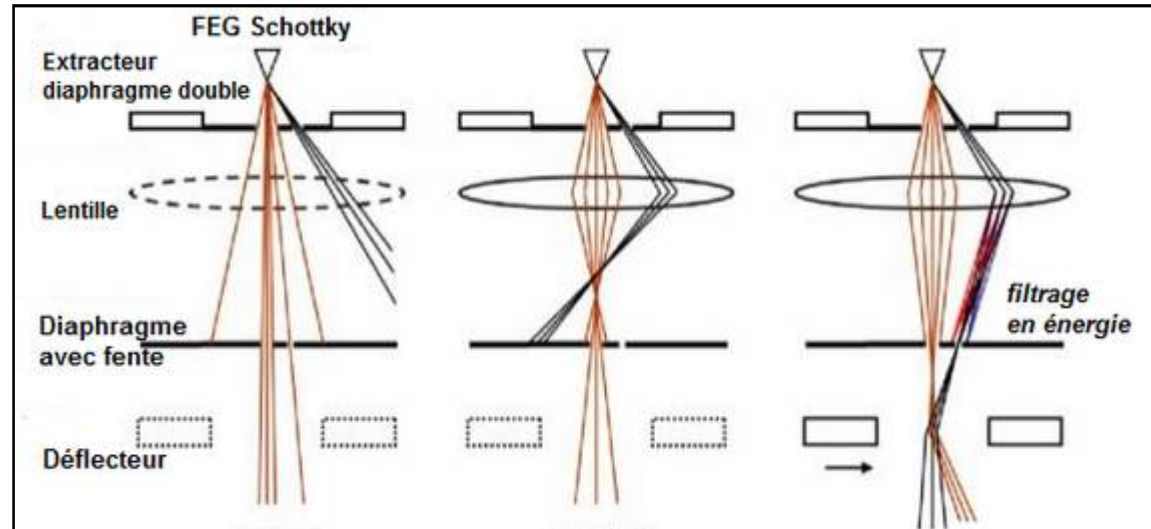
Les solutions technologiques pour corriger les aberrations

On peut utiliser un **filtre en énergie au canon (monochromateur)** pour corriger l'aberration chromatique C_c .

⇒ Technologie utilisée par FEI dans les modèles de MEB FEG Schottky Magellan, puis Verios.



**Canon FEG Schottky
avec monochromateur
(UC mode, Unicolor)**



**Eliminer les composantes extrêmes de la dispersion énergétique
Dispersion énergétique Schottky avec Monochromateur < 0.2eV**

Dispersion énergétique Schottky 0,5eV - 1eV

Dispersion énergétique Tunnel 0,2eV - 0,4eV

Résolution : 0,7nm de 30kV à 1kV

1 nm à 500V, 1,2 nm à 200V

L'utilisation du monochromateur limite le courant de sonde (filtre).

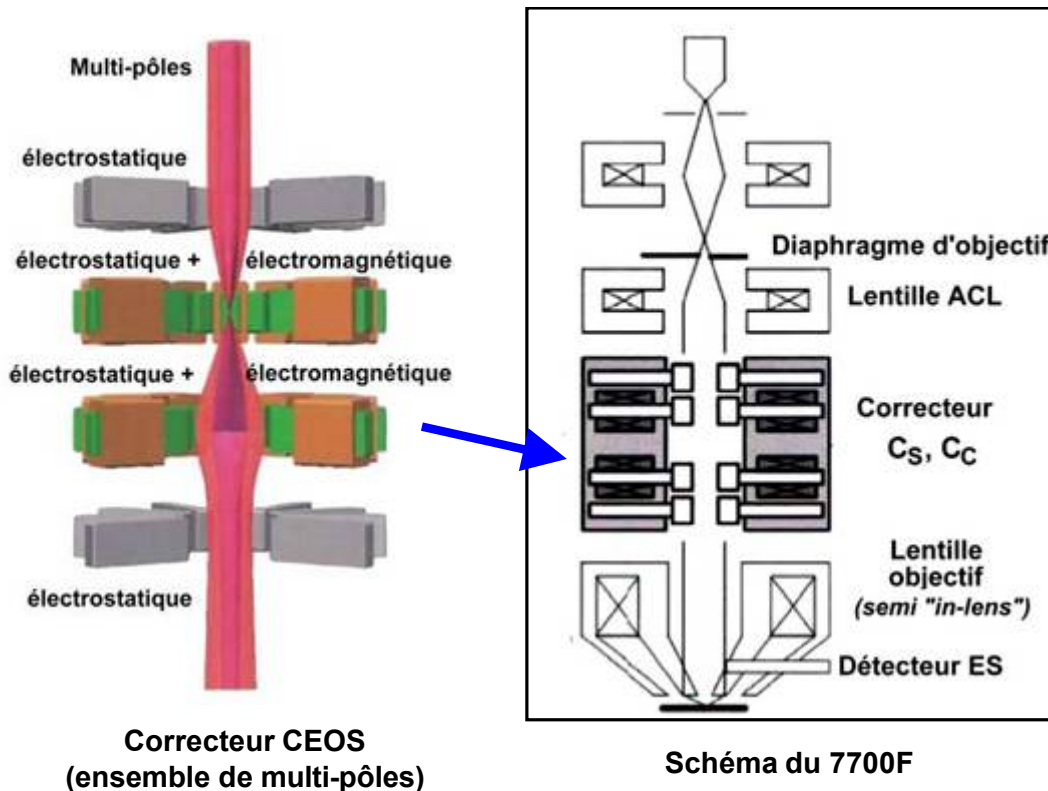
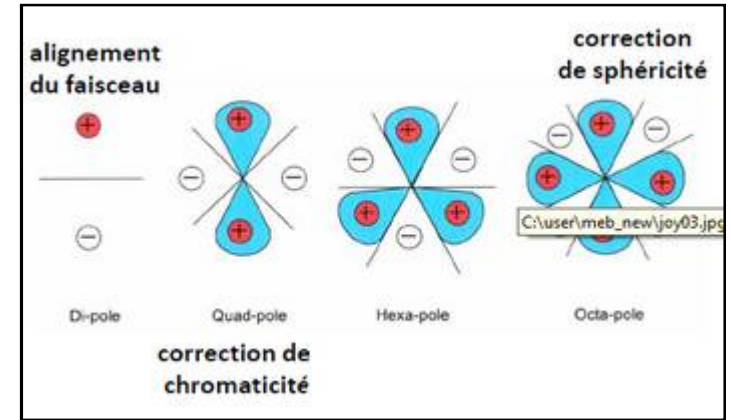
Les solutions technologiques pour corriger les aberrations

On ne peut pas éliminer les aberrations par un jeu de lentilles.

On peut cependant corriger les aberrations à l'aide de **lentilles non symétriques, des multi-pôles**.

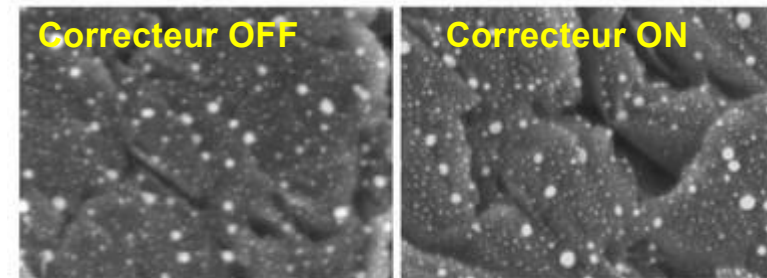
⇒ **Technologie complexe utilisée dans les TEM « haute résolution » combinant champs magnétiques et électriques**

⇒ **Technologie de Correcteur CEOS (Correcteur C_s et C_c) implantée sur le MEB-FEG Jeol 7700F (Cathode froide)**



Une correction optimale des aberrations implique l'alignement parfait de chaque élément et une bonne gestion par logiciel.

Performances (2003) :
0,6 nm à 5kV et 1nm à 1kV



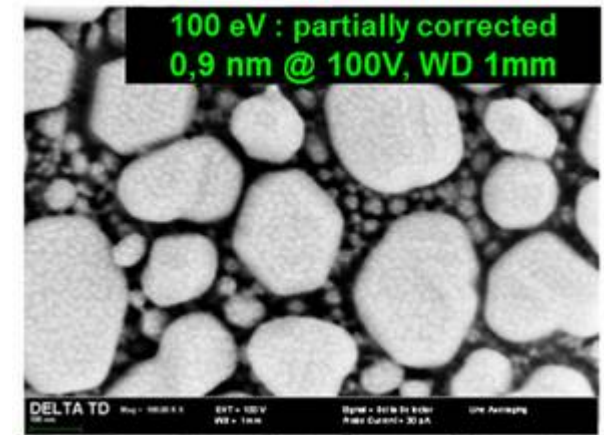
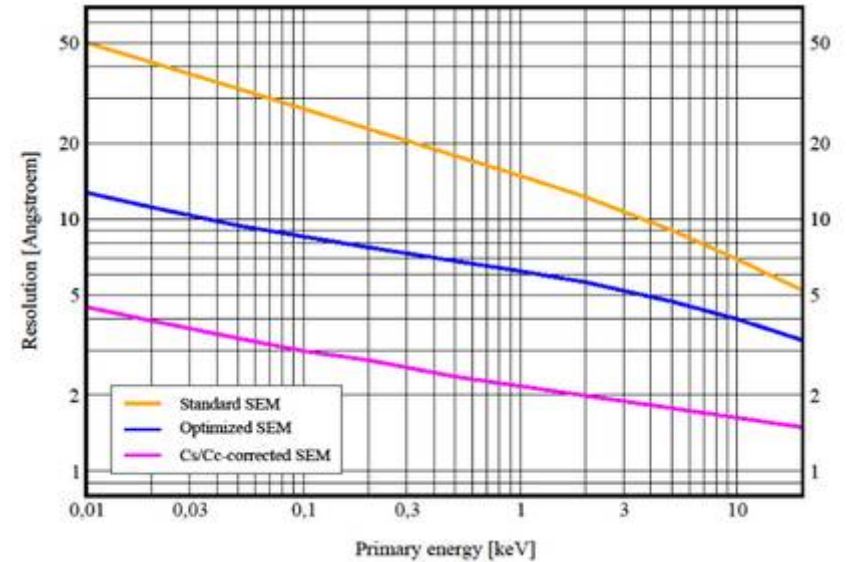
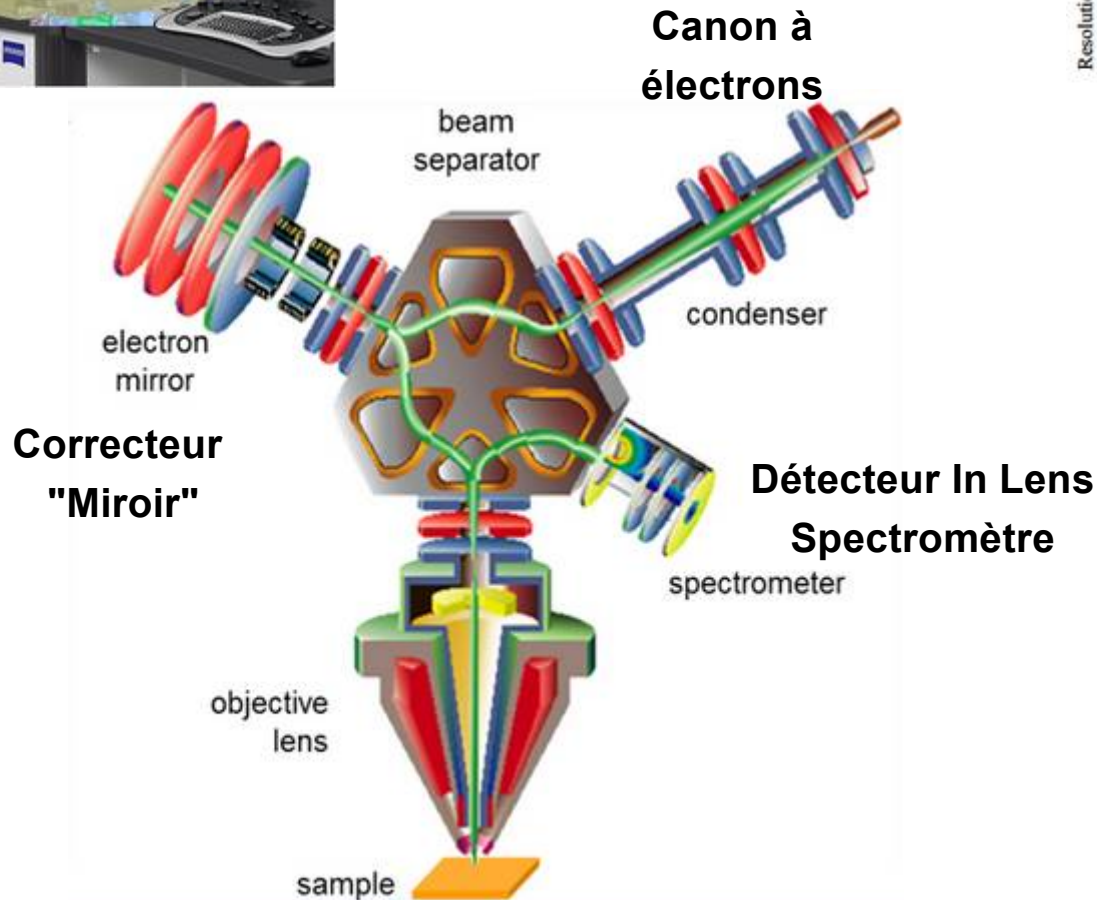
Malgré ses très bonnes performances, cette solution a été finalement abandonnée par Jeol car coûteuse et délicate à mettre en œuvre !

Les solutions technologiques pour corriger les aberrations

Technologie de **Correcteur "Miroir"** (Correcteur C_s et C_c) implantée sur le MEB-FEG Zeiss Delta (Cathode Schottky)



Technologie en développement



Les solutions technologiques en microscopie électronique à balayage pour l'imagerie à basse tension

1^{ère} partie : Les canons et les colonnes

- ◆ Il existe aujourd'hui un réel intérêt pour l'imagerie à basse tension.
- ◆ Les MEB conventionnels équipés de filament de W ou de pointe LaB6 ont fait des progrès considérables aussi bien à haute qu'à basse tension.
- ◆ Les MEB-FEG conservent la meilleure résolution quelque soit la tension. Ils bénéficient d'une technologie de pointe, de nombreux développements avec des solutions technologiques très novatrices et optimisées selon les applications.
- ▶ Les canons et les colonnes jouent un rôle très important sur la résolution des MEB à basse tension ..., encore faut-il des systèmes de détection perfectionnés ! *(Cf Exposé de Frédéric Charlot)*

Remerciements

Je tiens à remercier vivement pour leur aide (*discussions et documents fournis*) :

Jacky Ruste, Denis Boivin
David Barresi, TESCAN
Franck Charles, JEOL
Thierry Grenut , ELEXIENCE, Hitachi
Michel Trentin , FEI
Adrien Vuillaume, ZEISS

Bibliographie

- *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis (Third Edition)*, ed. J. Goldstein et coll., publ. Plenum Press (2003).
- D. Joy, *The Aberration Corrected SEM*, AIP Conference Proceedings, Vol. 788 Issue 1, p535 (2005)
- *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*, ed. F. Brisset et coll., publ. EDPsciences, ISBN 978-2-7598-0082-7, (2008)
- F. Roussel, *La résolution en MEB : apport de la basse tension*, Journées CaZaC, Lyon (2010)
- D. Boivin, *Imagerie à basse tension*, Journées SEMPA, ICSM à Marcoule (2013)
- *Low Voltage Electron Microscopy : Principles and Applications*, ed. D.C. Bell et coll, publ. Royal Microscopical Society (2013)
- J. Ruste, *Les basses énergies en microscopie électronique à balayage*, Séminaire Université catholique de Louvain-la-Neuve (2013)

Merci de votre attention !!!