



Journées Pédagogiques

Paris - 4 et 5 décembre 2014

Imagerie à basse tension Les solutions technologiques en microscopie électronique à balayage 2^{ème} partie : La détection

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

Résumé sur les conséquences de travailler à basse tension par rapport au faisceau et au choix technologique de la colonne électronique

Perte de résolution au niveau de l'échantillon

Le faisceau s'élargit dû aux aberrations dans la colonne, principalement l'aberration de chromaticité

Perte de brillance au niveau de l'échantillon

Courant plus faible au niveau de l'échantillon

Des solutions technologiques ont été développées pour limiter ces effets :

En particulier dans les colonne des MEB FEG avec

Au niveau de la lentille objectif

soit la présence d'un champ magnétique à immersion
soit d'une lentille électrostatique

Au niveau de l'échantillon, la présence d'une polarisation

Se pose la question de la détection ?

Les détecteurs doivent s'adapter au choix imposé dans la colonne électronique et permettre la meilleure collecte possible des différents signaux

Par exemple la faible distance de travail imposée conditionne des positionnements de détecteur dans la colonne

La détection devra tirer le meilleur parti de l'information provenant des électrons secondaires (SE) et rétrodiffusés (BSE)

Le faisceau d'électrons étant à basse énergie

➔ Modification de l'émission des électrons secondaires (SE) et rétrodiffusés (BSE)

En terme d'énergie, de production, d'émergence, ...

Effet de la tension sur l'émission des électrons secondaires (SE) et des électrons rétrodiffusés (BSE)

Modification de la **production** des différents électrons ré-émis (SE et BSE)

Car la section efficace d'interaction est fonction, entre autre, de la Tension d'Accélération

Intéractions élastiques

→ Les électrons rétrodiffusés

$$\sigma_{\text{élastique}} \propto Z^2/E^2 \quad \text{Rutherford}$$

Intéractions inélastiques

→ Les électrons secondaires

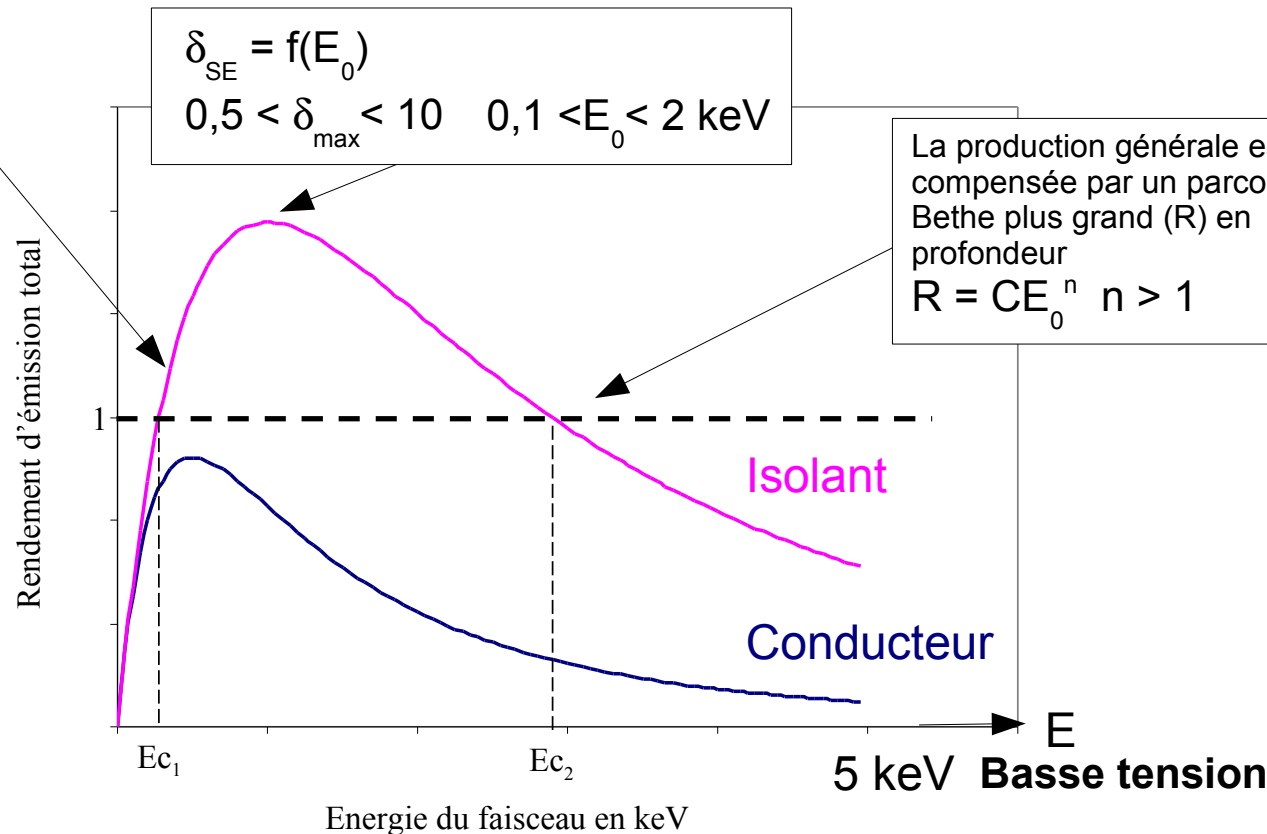
$$\sigma_{\text{inélastique}} \propto Z/E \quad \text{Bethe}$$

La production des SE augmente avec E_0
 $n = E_0 / E_{SE}$

$$\delta_{SE} = f(E_0)$$

$$0,5 < \delta_{\text{max}} < 10 \quad 0,1 < E_0 < 2 \text{ keV}$$

La production générale est compensée par un parcours de Bethe plus grand (R) en profondeur
 $R = CE_0^n \quad n > 1$



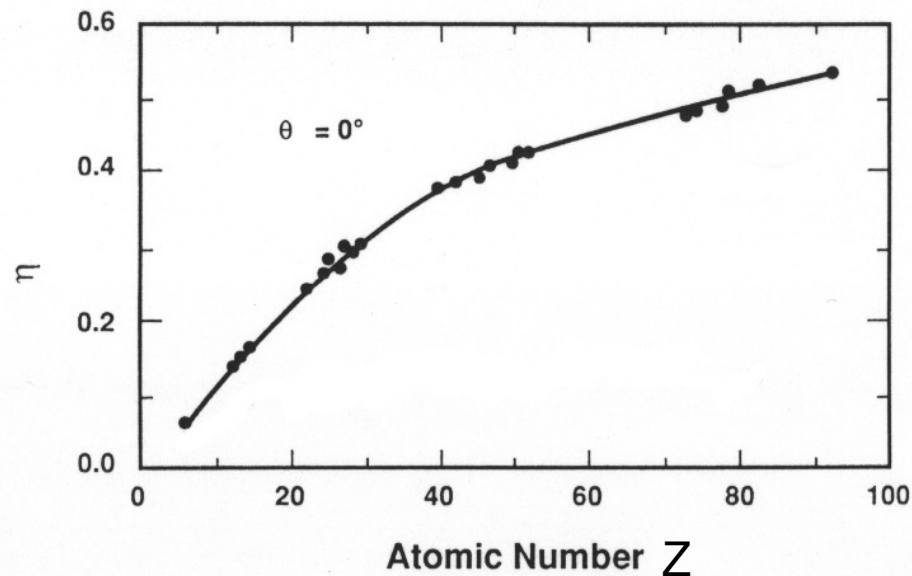
→ Rendement de production plus important à basse tension

Effet de la tension sur l'émission des BSE en fonction de Z.

A haute tension

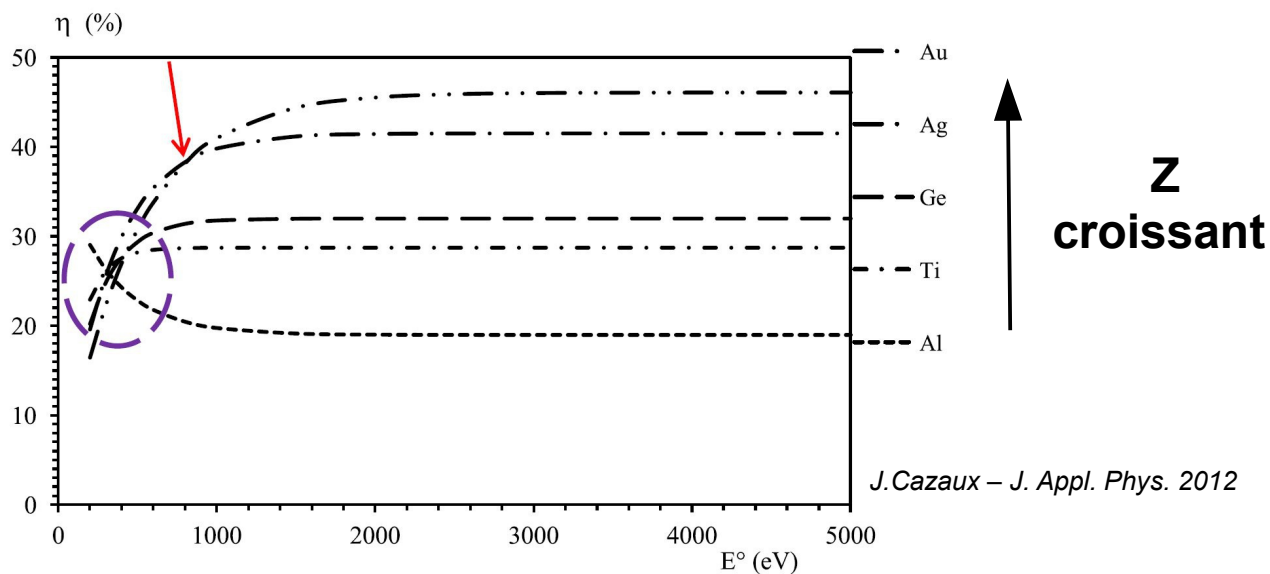
Vrai pour $E_0 > 5$ keV

η = coefficient de rétrodiffusion



A Basse tension

$E_0 < 5$ keV

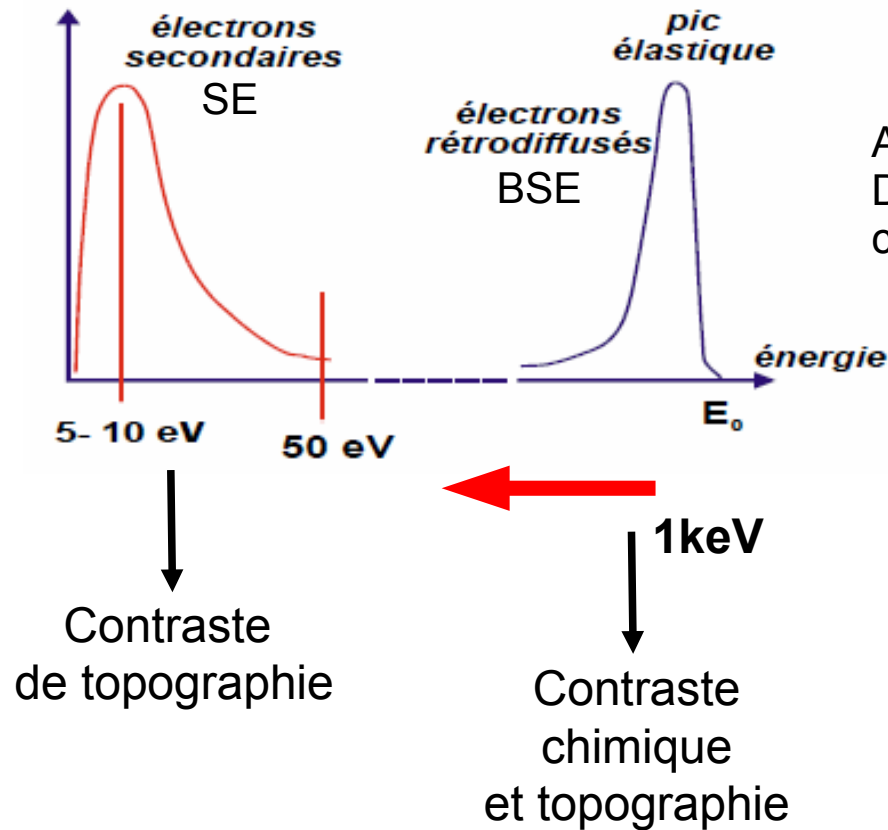


➡ Il peut y avoir des inversions de contraste à basse tension

Energie des électrons re-émis

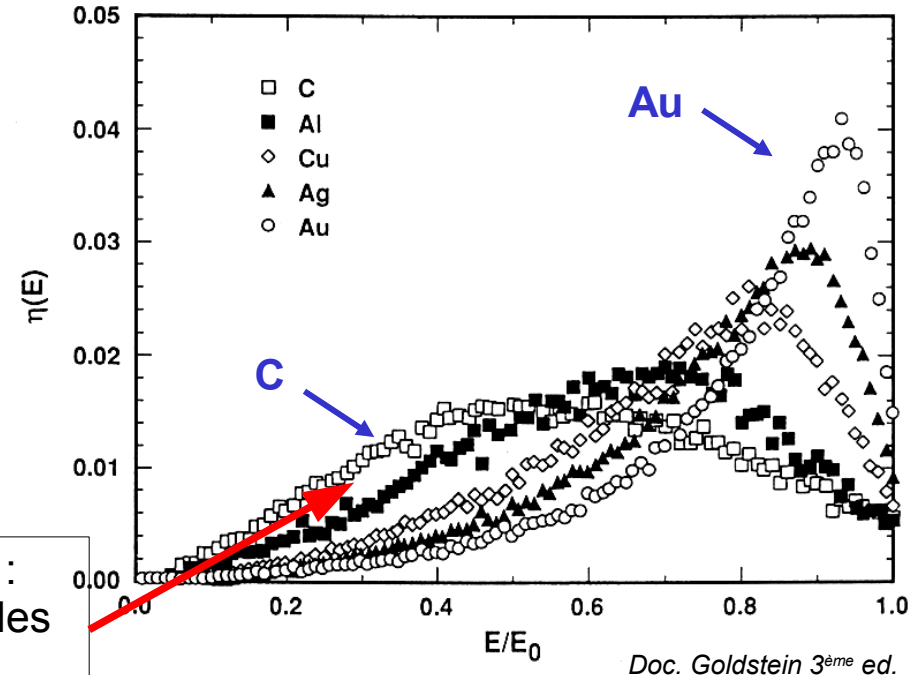
SE : Toujours quelques eV (conventionnellement en dessous de 50 eV)

BSE : Pic élastique proche de E_0 énergie du faisceau incident !



A Très basse tension (en dessous de 50 eV)
Discriminer les signaux peut devenir très délicat
car il y a moins de différence énergétique

A tenir compte aussi de la nature des
matériaux observés



Large distribution en énergie :
Les BSE subissent de multiples
interactions inélastiques

Les différents types de signaux

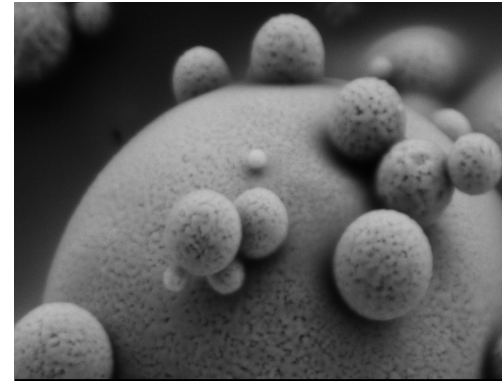
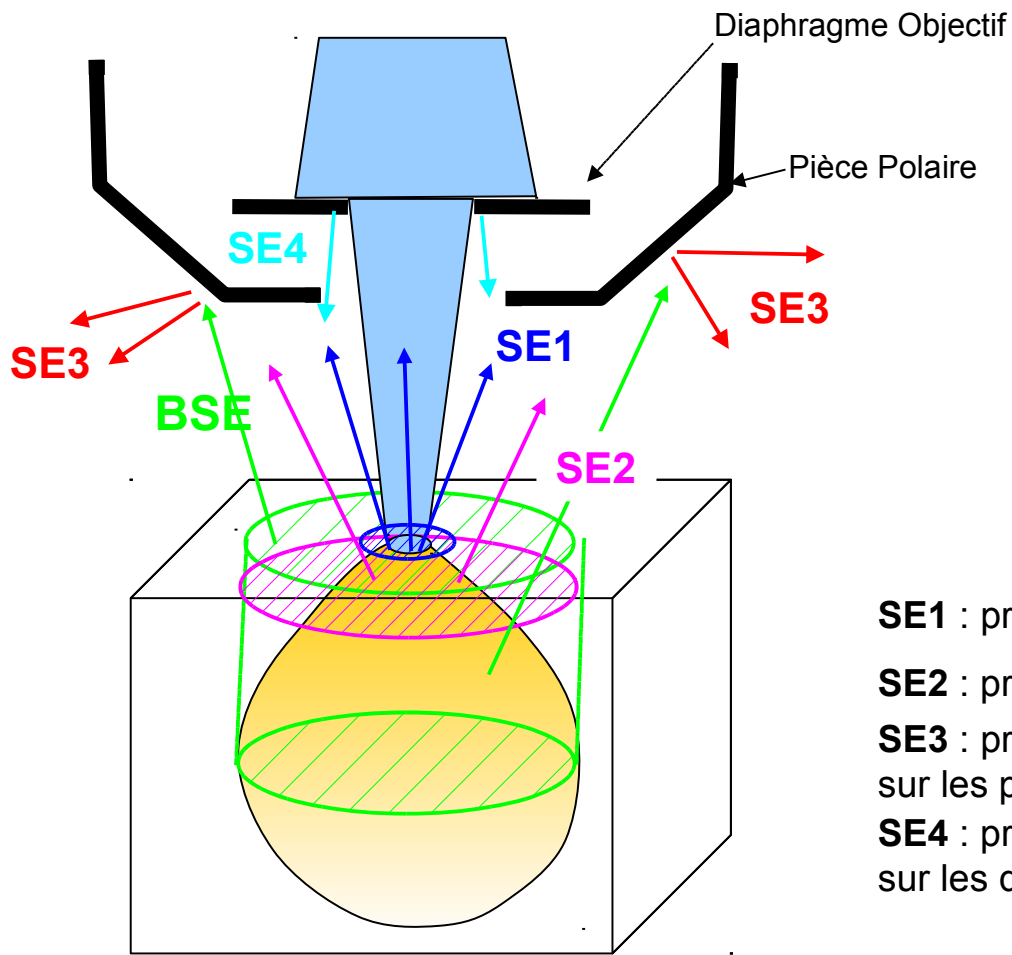


Image SE
Contraste Topographique

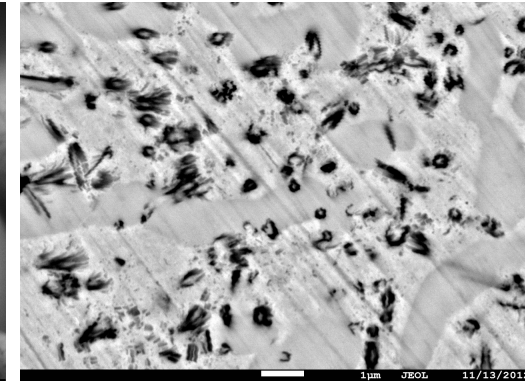


Image BSE
Contraste Chimique

SE1 : produit directement par les électrons incidents

SE2 : produit par les électrons rétrodiffusés

$$\delta_{SE2} = \kappa\eta \delta_{SE1}$$

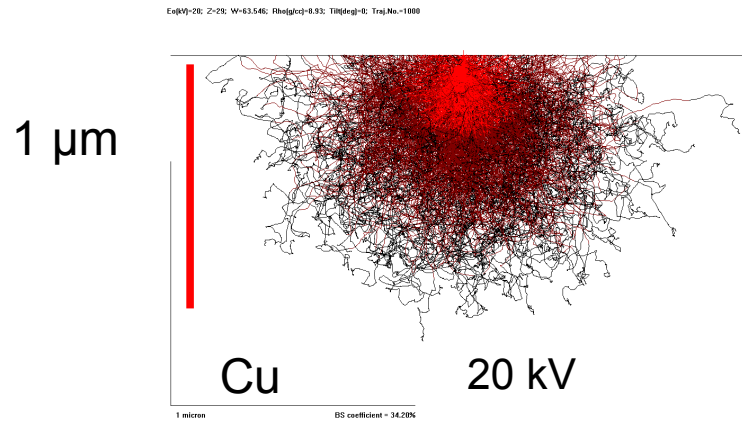
SE3 : produit par les électrons rétrodiffusés sur les pièces polaires

SE4 : produit par les électrons incidents sur les diaphragmes

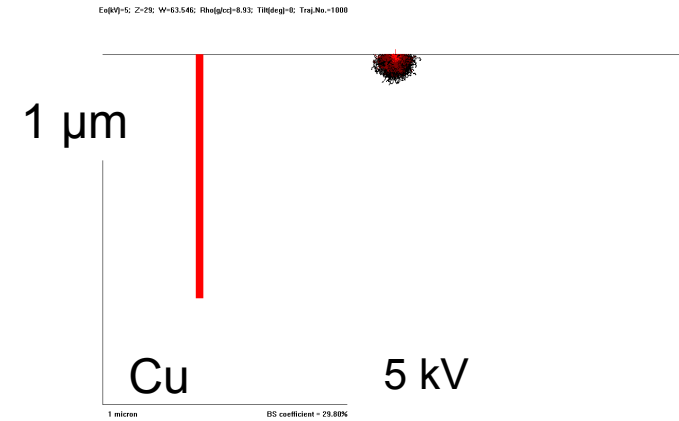
Réf : Travaux de L. Reimer

BSE

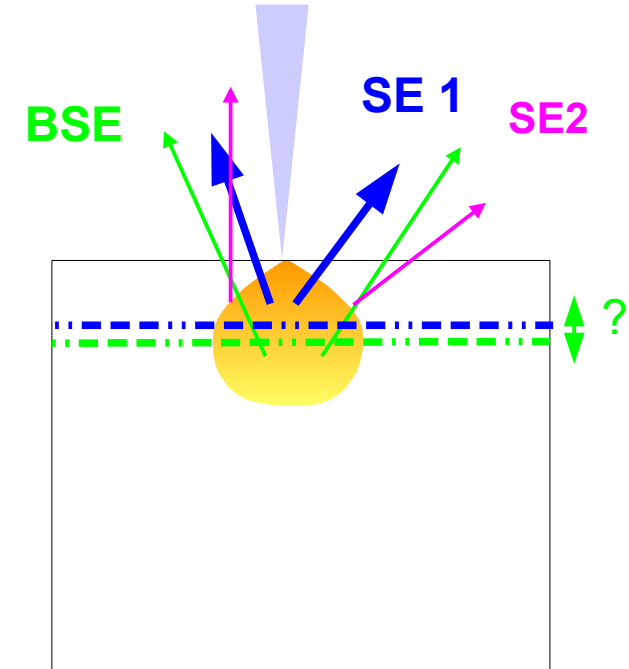
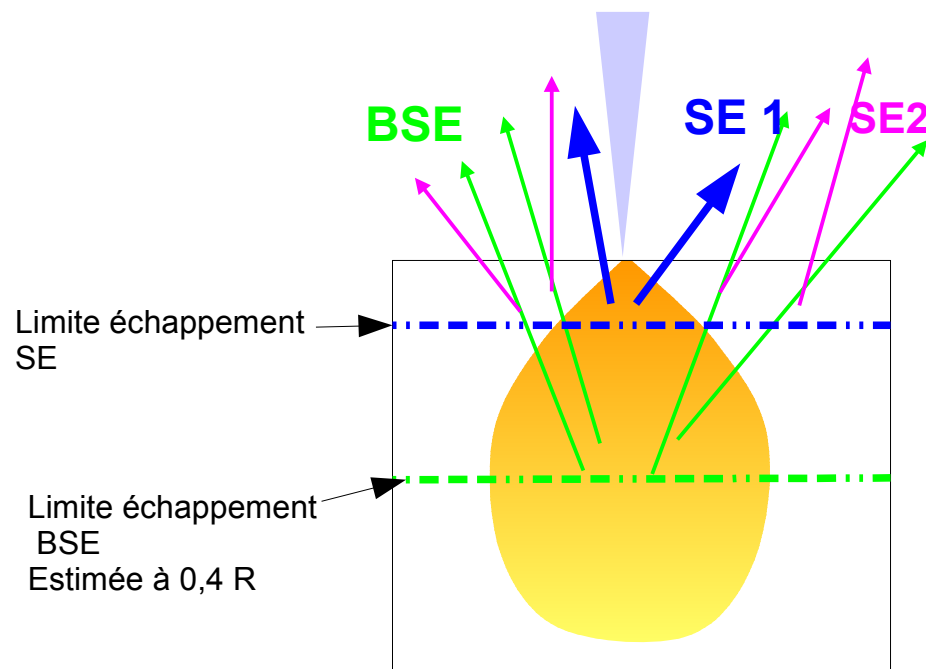
Effet de la tension sur le volume d'interaction et l'émission des SE et BSE



A Haute tension



A Basse tension



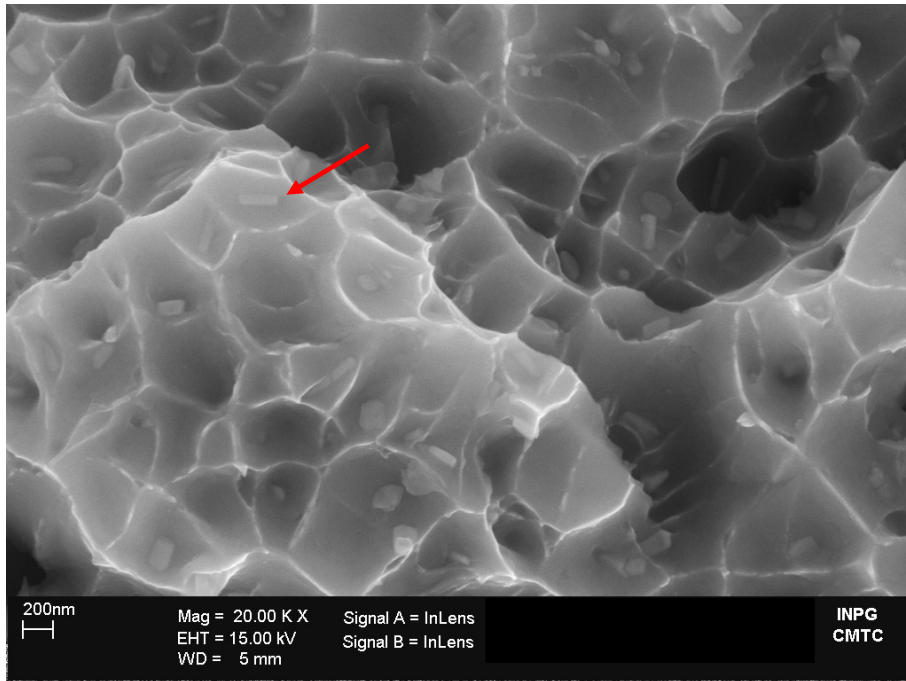
A basse tension, la résolution spatiale BSE est améliorée avec la réduction du volume d'interaction

Effet de la tension sur l'émission des SE

Modification du volume d'interaction et donc de la zone d'émission

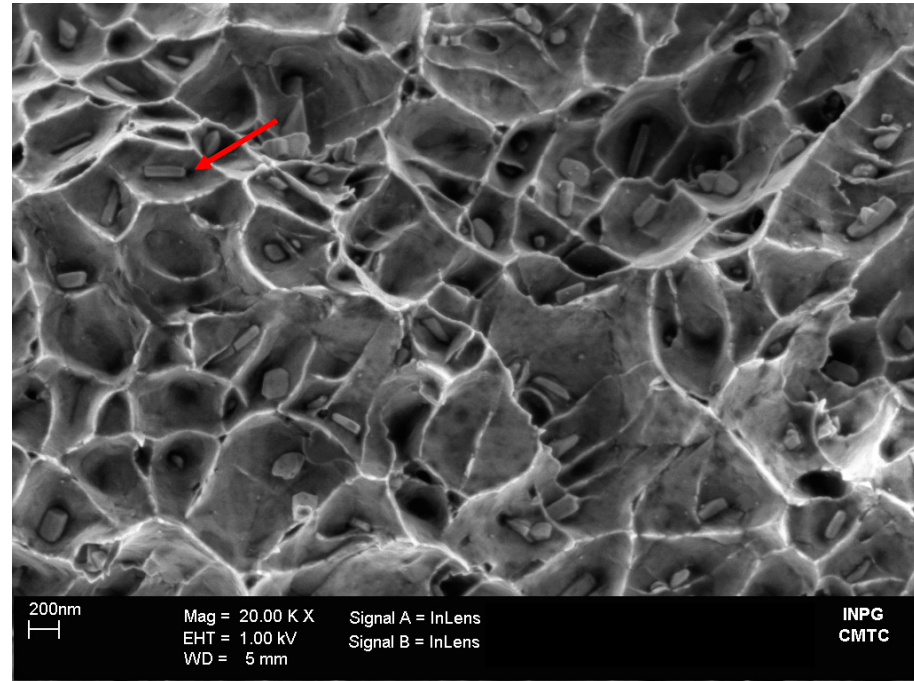
Les rapports signal/bruit sont différents et l'information visible est différente

Faciès de rupture d'un échantillon Al



15 kV

Image en électrons
secondaires (SE1 + SE2)



1 kV

Image en électrons
secondaires (SE1 + SE2)



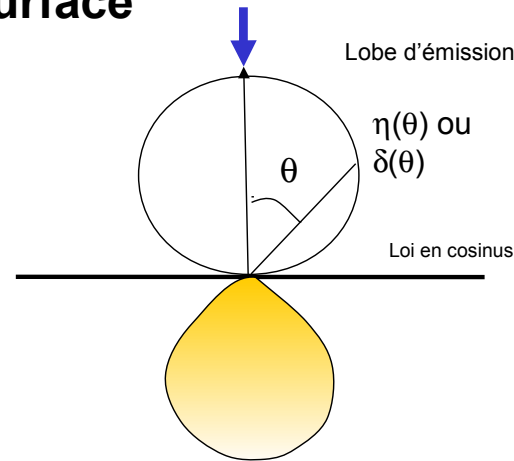
Meilleur contraste de surface

La distribution angulaire des SE et BSE

Cas où le faisceau est normal à la surface

η_0 ou δ_0

η : coefficient de rétrodiffusion
 δ : rendement d'émission SE

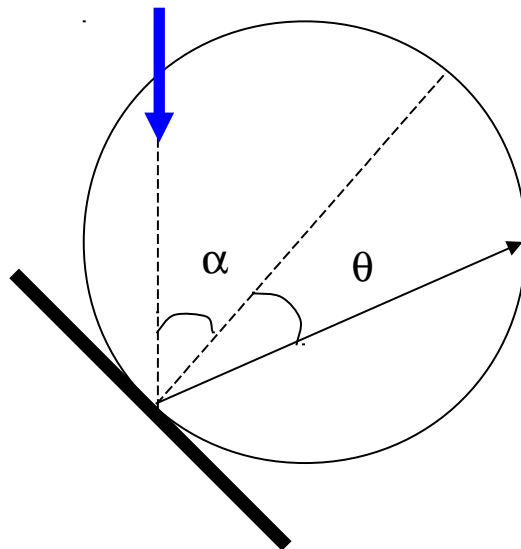


La distribution angulaire pour les SE et les BSE suit une loi de Lambert lorsque l'incidence du faisceau est normale à la surface

Cas où l'échantillon est incliné par rapport au faisceau

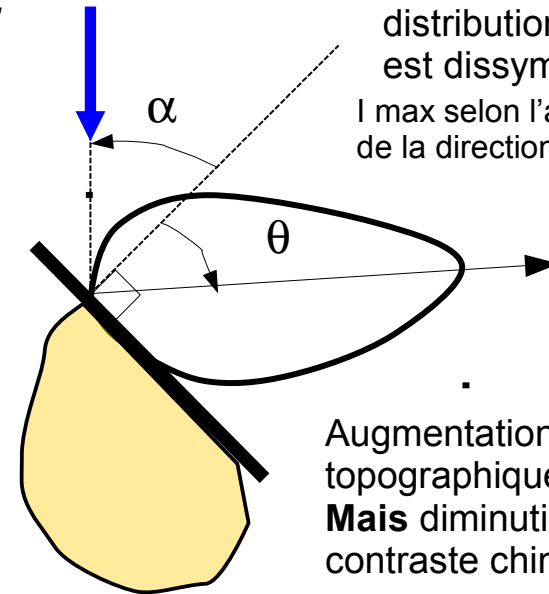
Pour les SE

L'émission SE est favorisée et la distribution est symétrique.



Pour les BSE

L'émission BSE est aussi favorisée mais la distribution angulaire est dissymétrique .
I max selon l'axe de la direction de réflexion



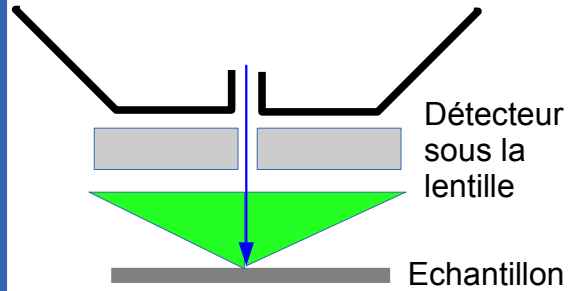
Augmentation du contraste topographique
Mais diminution du contraste chimique



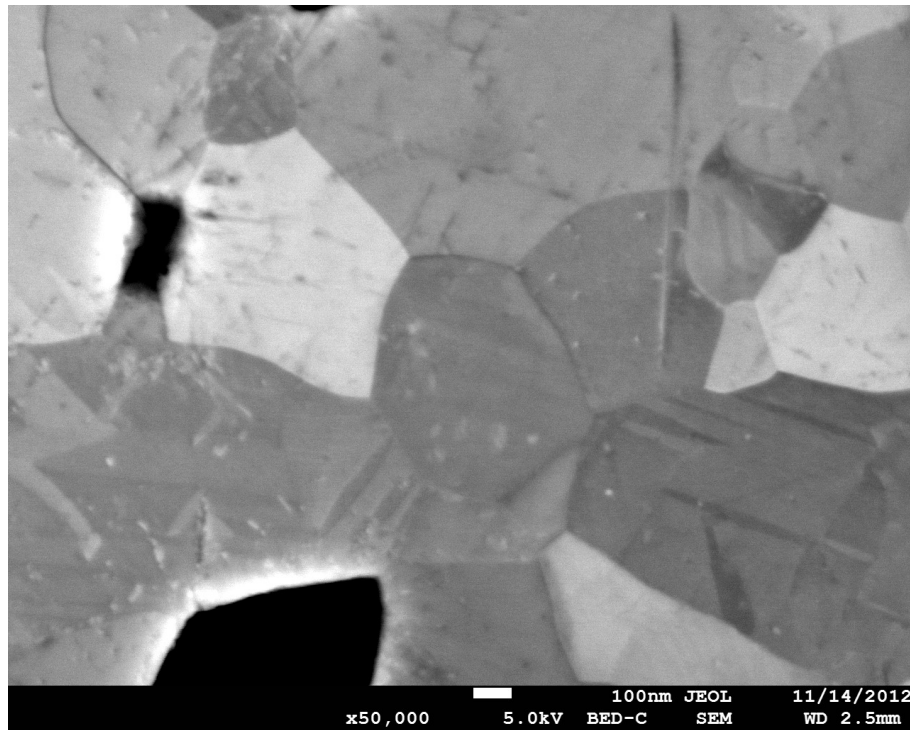
Peu d'effet de la tension sur la distribution angulaire des SE et BSE
... mis à part la prise en compte d'effet de réfraction à la surface pour les SE

Distribution angulaire des BSE à basse tension

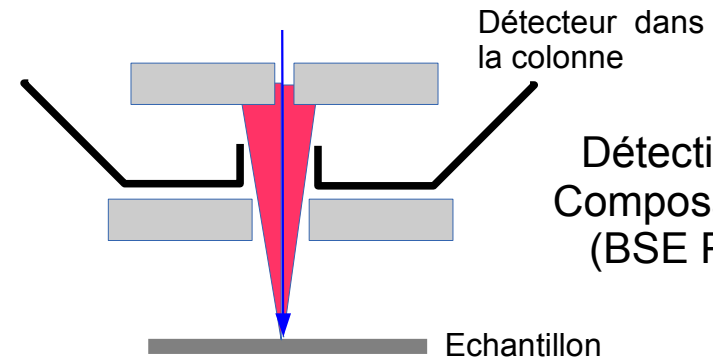
Détecteur BSE dans la chambre



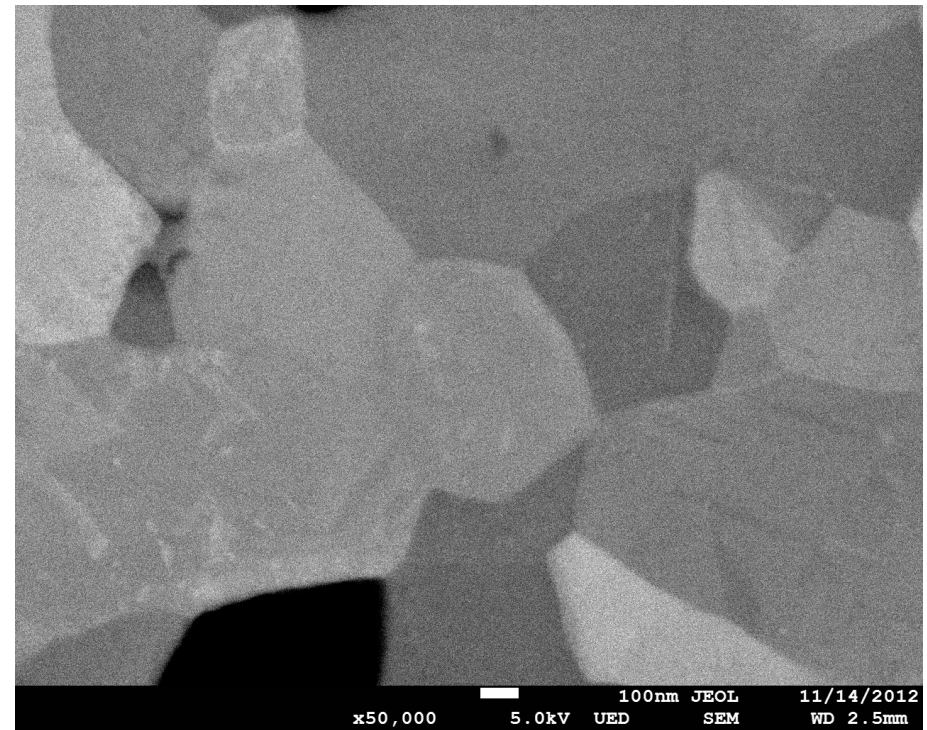
Détection des BSE
Composante **TOPO**
(BSE Grand Angle)



Détecteur BSE dans la colonne



Détection des BSE
Composante **COMPO**
(BSE Petit Angle)

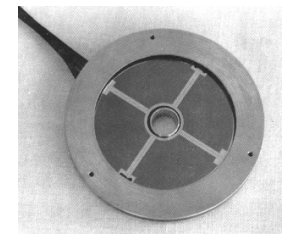


5 kV Céramique de type YSZ / LSM

Nouveau développement dans les détecteurs BSE solides

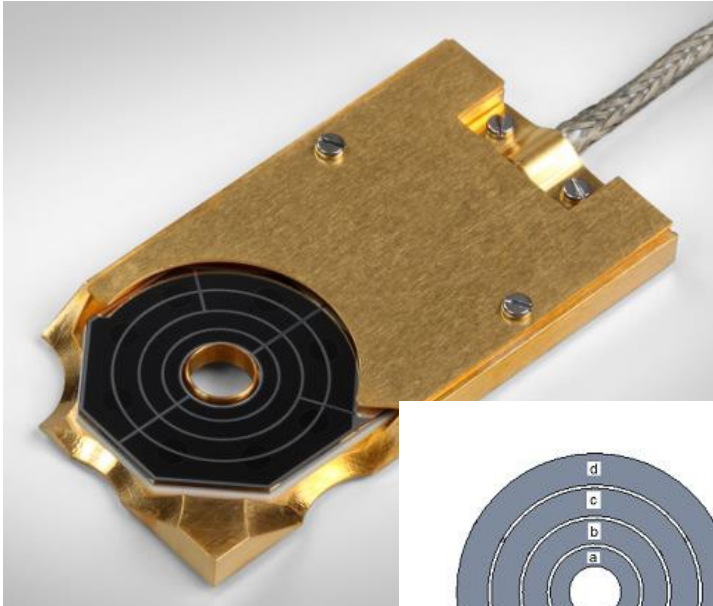
→ La zone de détection est multi-segmentée

Nouvelle géométrie des segments = Segment concentrique
Et/ou arc concentrique

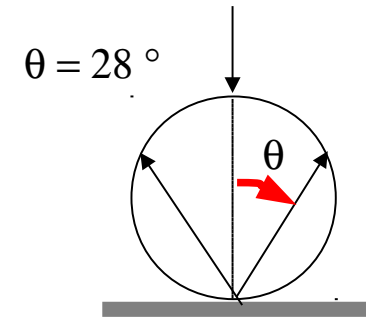
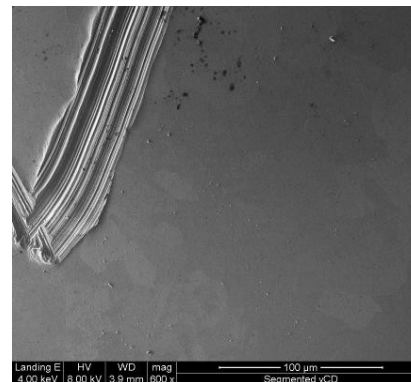
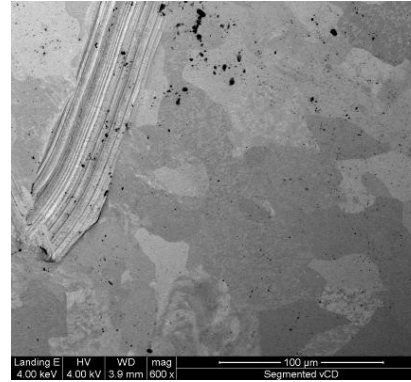
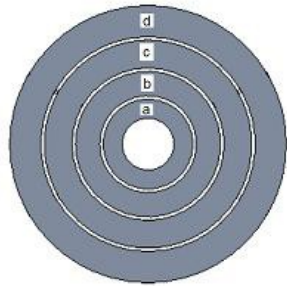


Classiquement
4 secteurs

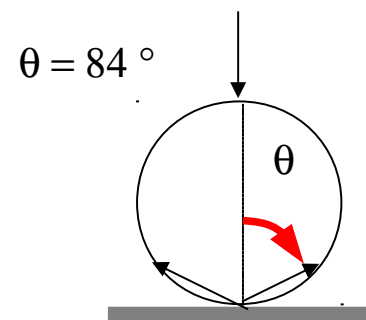
Ouvre la voie vers un filtrage par angle solide dans la collecte des BSE



Doc FEI
L. Roussel
M. Trentin



Composante
chimique
Importante



Composante
topographique
Importante

Doc Lich et al, M&M2010

Détecteur – DBS/CBS (FEI)

Directionnal Backscattered detector
/ Concentric Backscattered

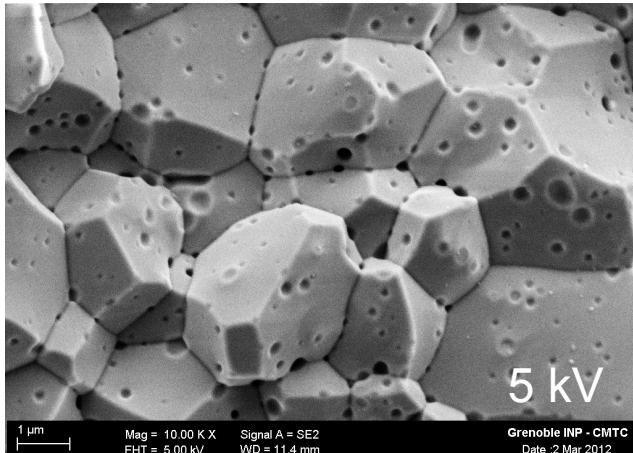
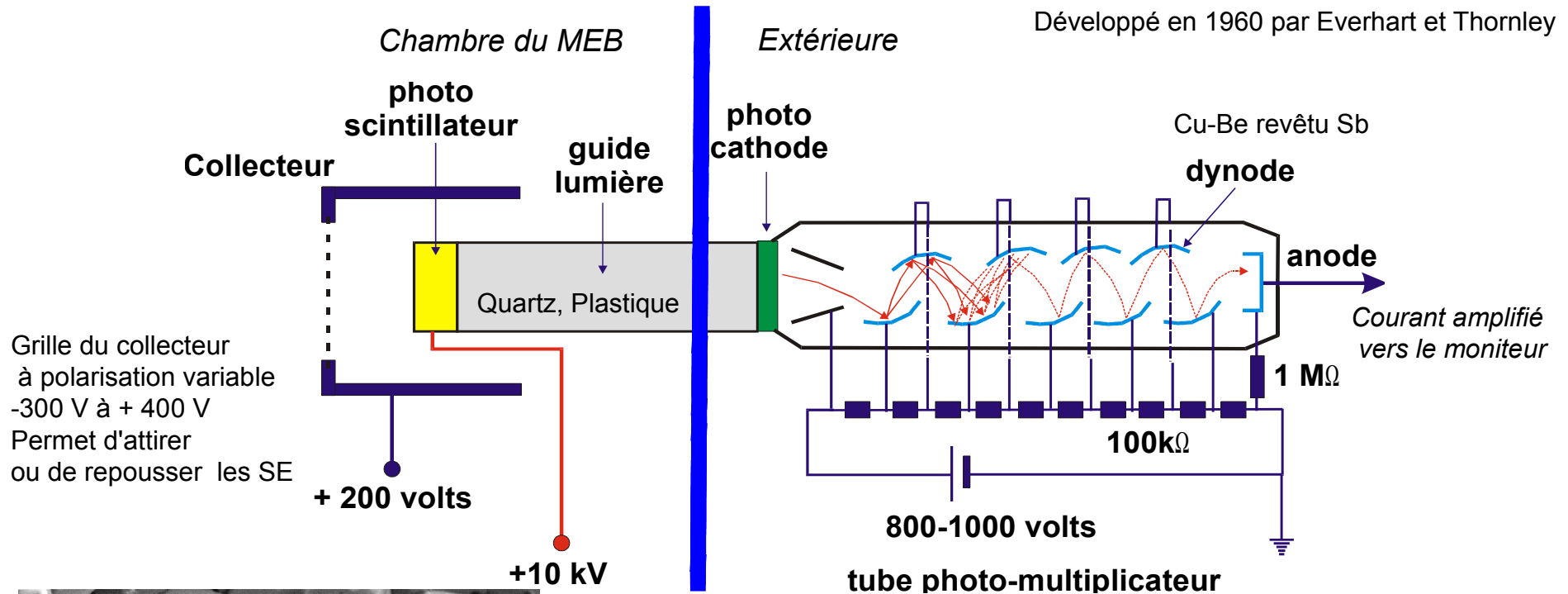
→ Filtrage angulaire

Solution de détection des SE et BSE à basse tension dans la CHAMBRE du MEB

La détection des électrons secondaires à basse tension dans la chambre du MEB

Classiquement avec le détecteur Everhart et Thornley (EvT)

Moteur de la collection des électrons = grille de collection à + 300 Volts

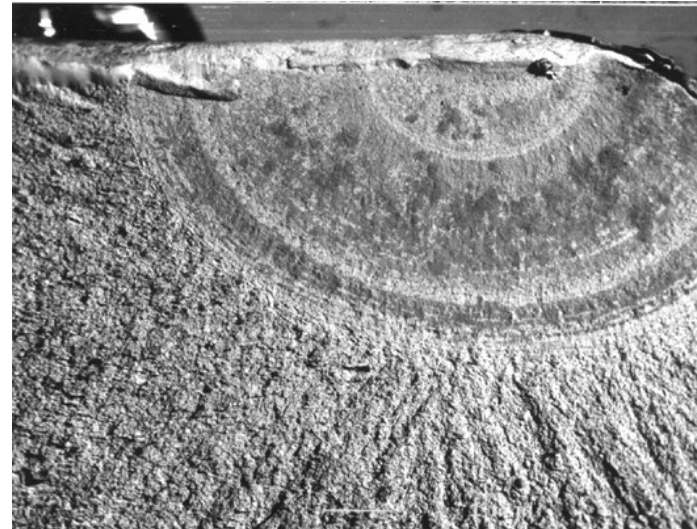
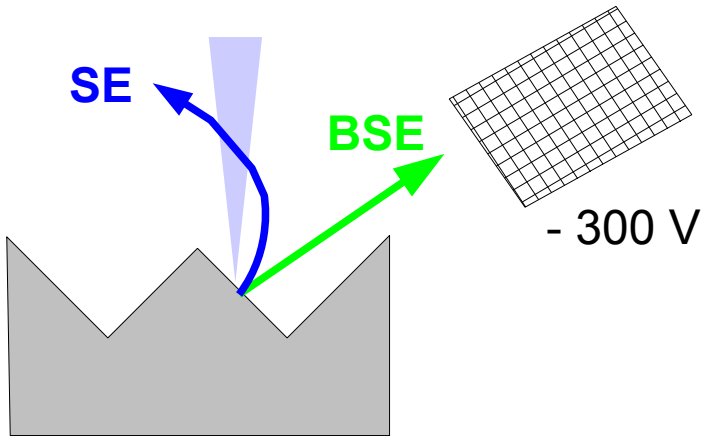


Très performant au niveau rapport Signal/Bruit
Et dans la dynamique de détection

Mais ne permet pas de discriminer les différents types d'électrons (SE1, SE2, SE3 et BSE)

Discrimination délicate avec le détecteur EvT

- Présence d'électrons rétrodiffusés dans l'angle solide de collection du détecteur EvT



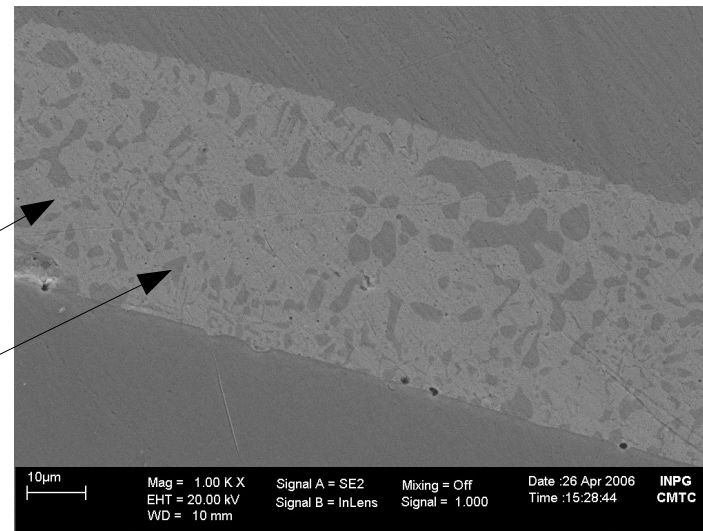
Faciès de rupture.

Éclairage rasant réalisé avec la détection des BSE par le détecteur EvT polarisé négativement

- Détection des SE1 et des SE2

Renforcement de l'émission des SE par les SE2 dans les zones de Z important

Ag Z = 47
CuZn - Zmoy=29.5



Cordon de brasure Ag-CuZn
Image SE réalisée par le détecteur EvT

● **Composante SE3 et BSE dans l'image**

Images F. Grillon – FEG Zeiss

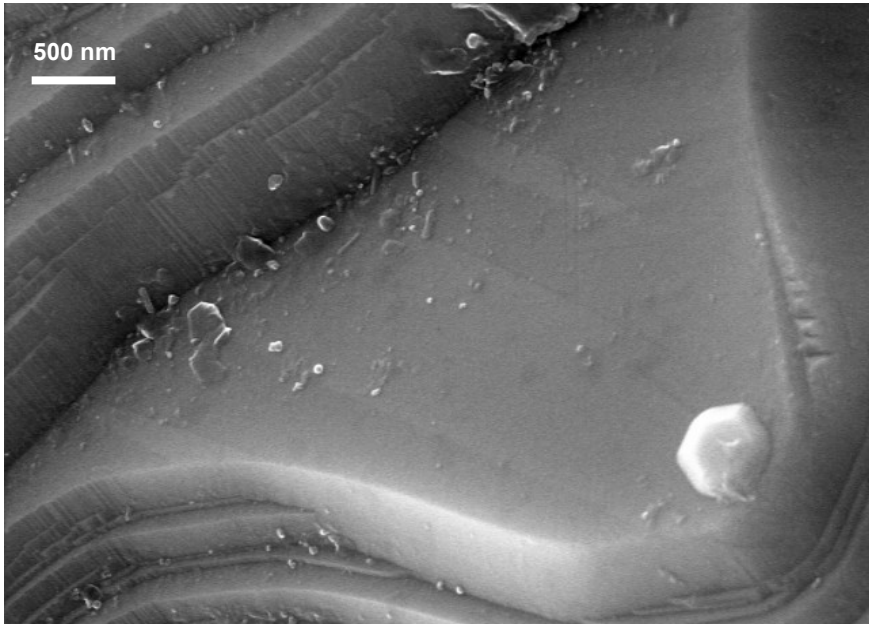


Image SE – Détecteur dans la colonne
Image constituée en majorité de SE1 et SE2

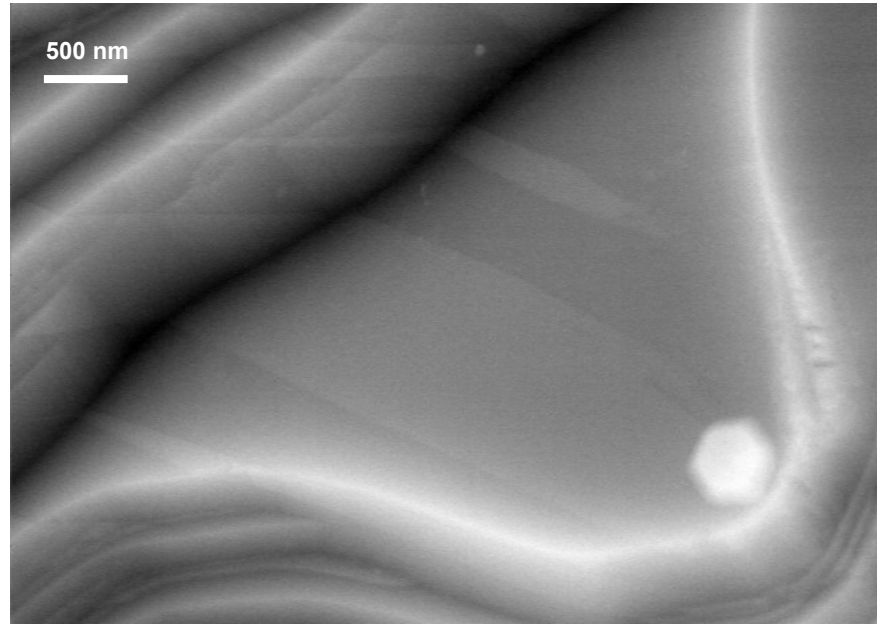
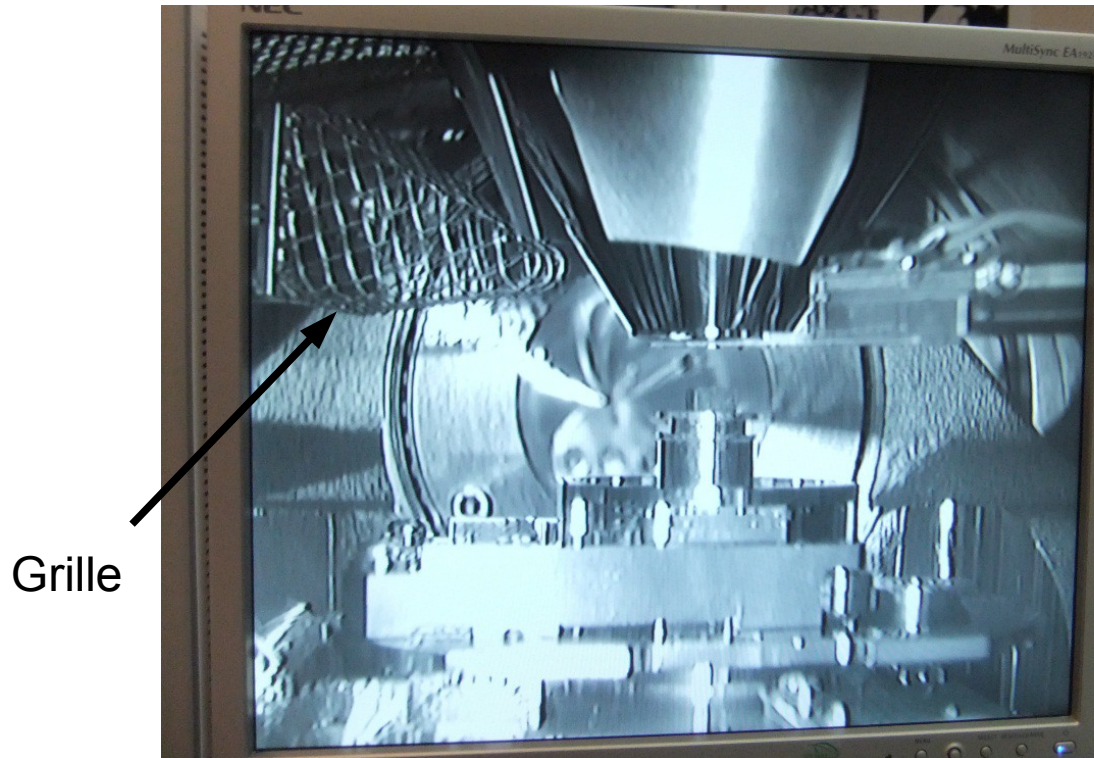


Image SE - Détecteur Everhart Thornley
Image dégradée par collection des SE3

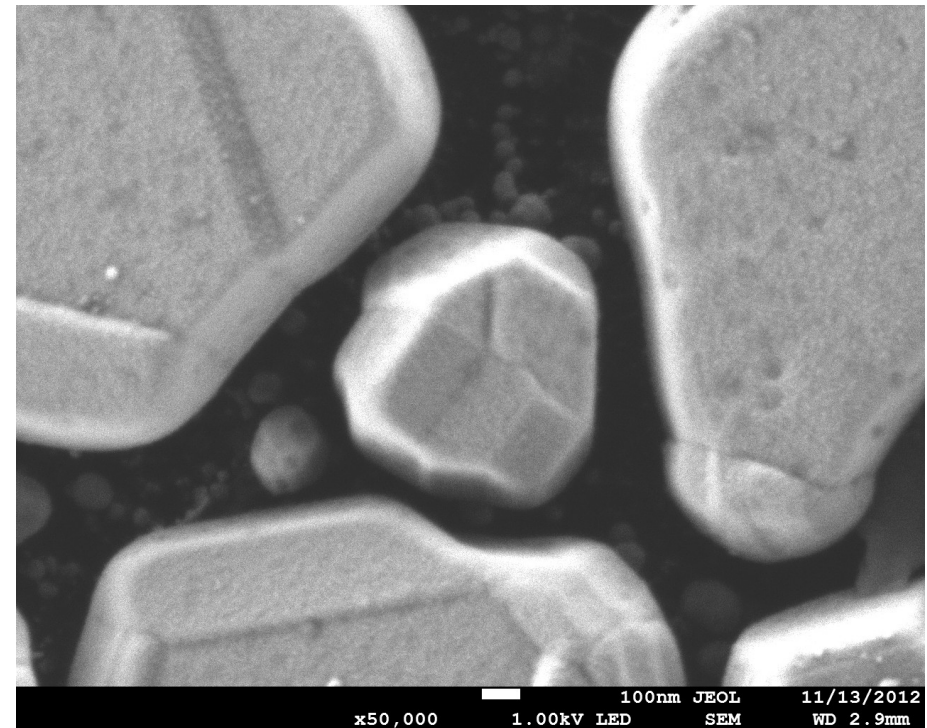
Amélioration des performances du détecteur EvT à basse tension

Forme de la grille de collection optimisée pour une meilleure détection à basse tension



Grille

Doc. JEOL



x 50 000 – 1kV - WD courte

Grain d'or

Détecteur à haute efficacité

La détection des électrons retrodiffusés à basse tension dans la chambre

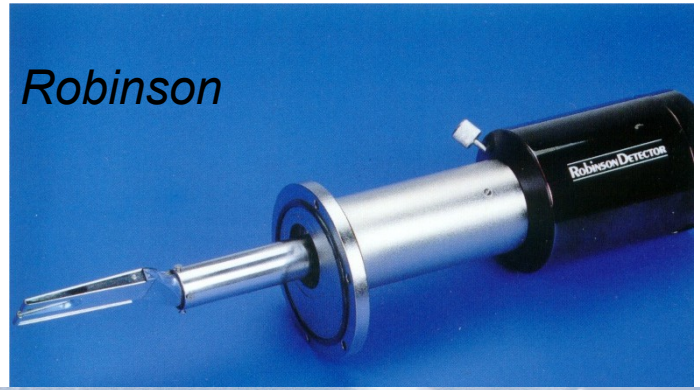
Les détecteurs à scintillateur

Très bonne bande passante permet d'avoir des vitesses rapides de détections

Mais il faut exciter le matériau scintillateur !

Ex : YAG / YAP

Seuil de coupure = Inférieur à 2 kV



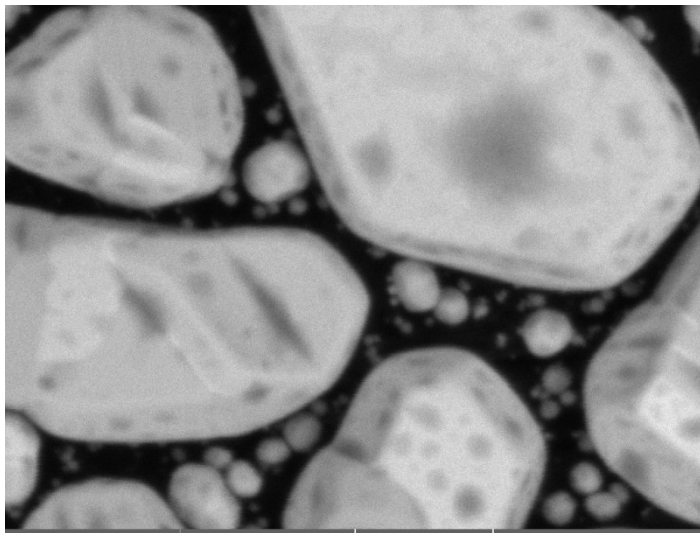
Développement actuel

Amélioration des scintillateurs avec dopages

Par exemple

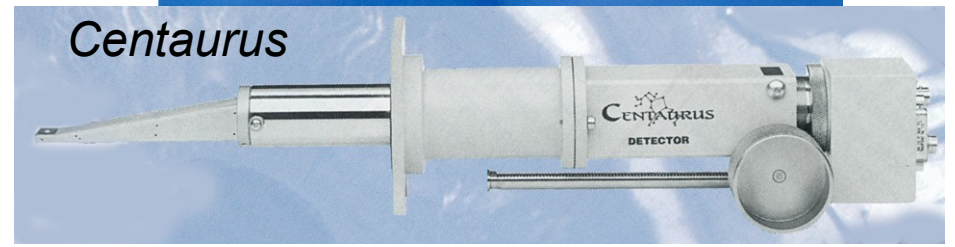
YAG - Ce

2 kV

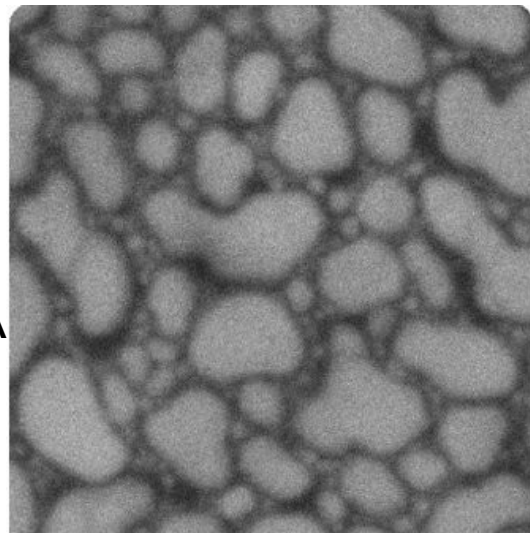


Doc. TESCAN

SEM HV: 2.0 kV	WD: 6.49 mm	MIRA3 TESCAN
Print MAG: 50.0 kx	Det: BSE	500 nm
View field: 2.54 µm	SM: RESOLUTION	Performance in nanospace



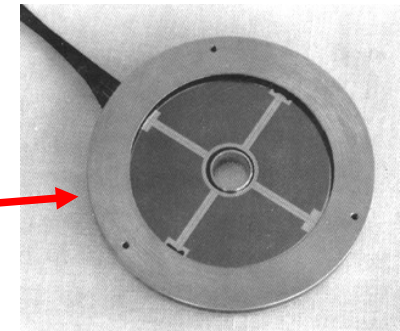
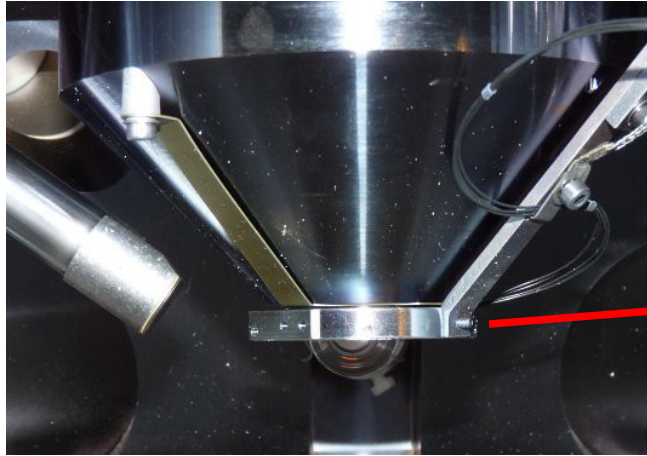
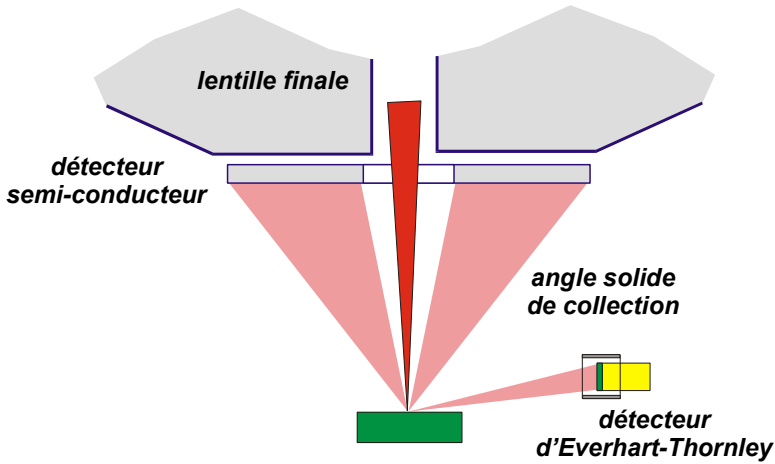
1 kV
105 pA



SEM HV: 1.0 kV	Det: BSE	MIRA3 TESCAN
View field: 2.17 µm	SM: RESOLUTION	500 nm
WD: 11.47 mm	Scan speed: 6	

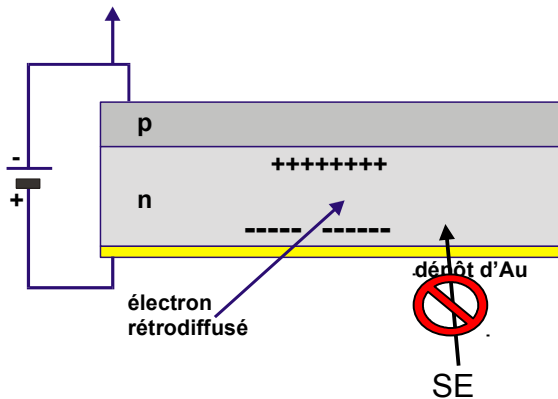
Les détecteurs à semi-conducteurs

Ou détecteurs solides à diodes silicium



Le détecteur Si est constitué de 2 à 4 secteurs.

Il s'agit d'une jonction p-n polarisée en inverse. L'électron va libérer dans le semi-conducteur une charge électrique (création de paires trous-électrons).



Energie de création d'une paire électron-trou = 3,6 eV

3 Types de jonction possibles

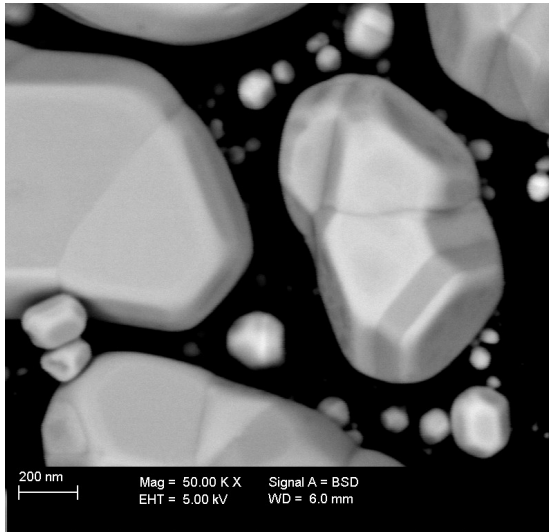
- Jonction diffusée,
- Jonction à implantation
- Jonction Schottky (barrière de surface)

Faible bande passante → Vitesse de balayage faible (env 100 kHz)

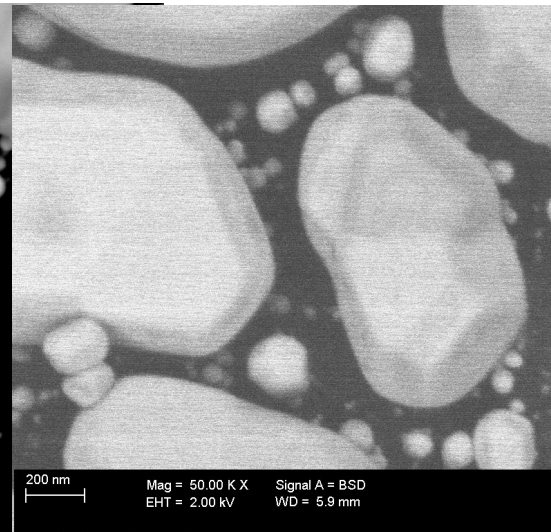
La couche de métallisation limite l'efficacité causée par l'absorption des électrons de basse énergie et particulièrement des électrons secondaires SE.

Tension de coupure des détecteurs Solides

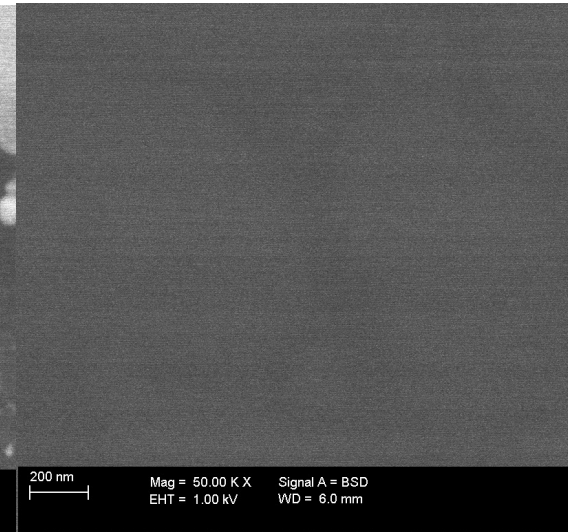
Exemple : « Ancienne génération » (2004)



5 kV



2 kV



1 kV

Courant quelque nA

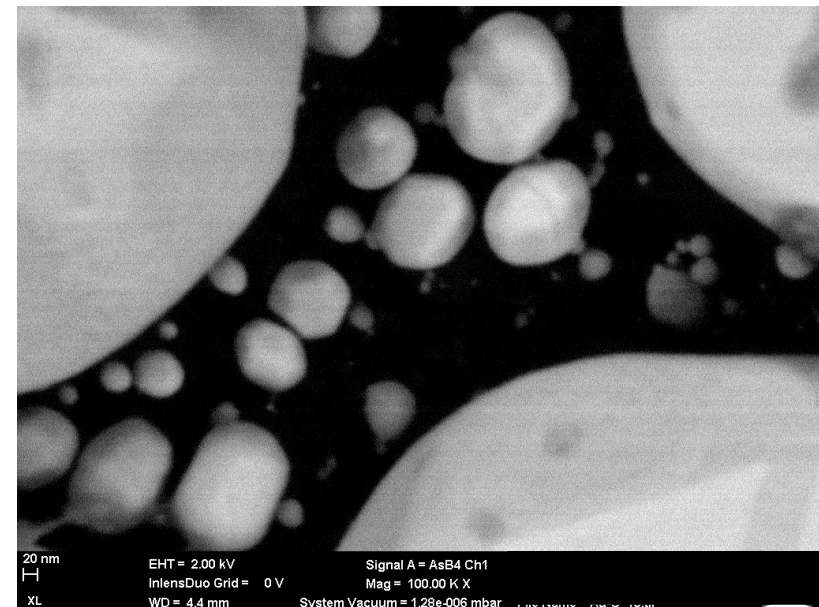
Nouvelle génération

Détection jusqu'à 2 kV possible
Avec un bon rapport signal / bruit
... Voir < 2kV



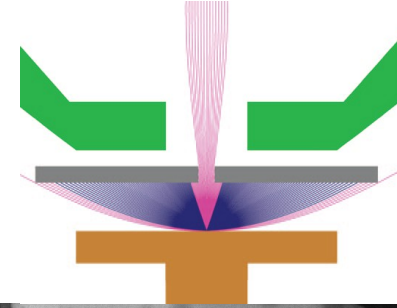
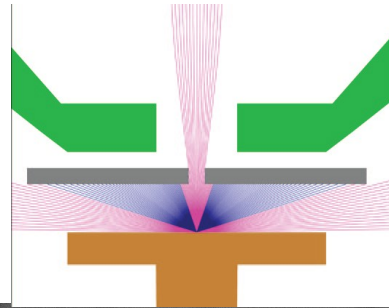
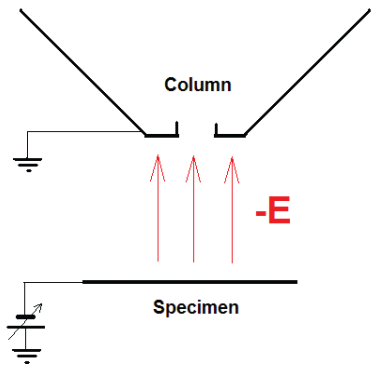
Amélioration
au niveau des jonctions

Sans polarisation de l'échantillon

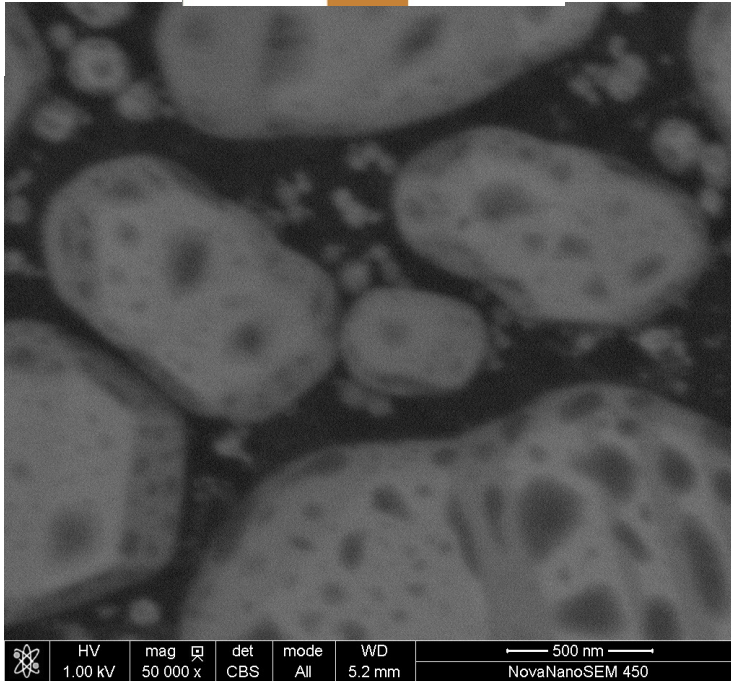


Rôle de la polarisation de l'échantillon dans la détection à basse tension des électrons rétrodiffusés

Avec la polarisation d'échantillon active, la tension de grille du détecteur EvT est coupée

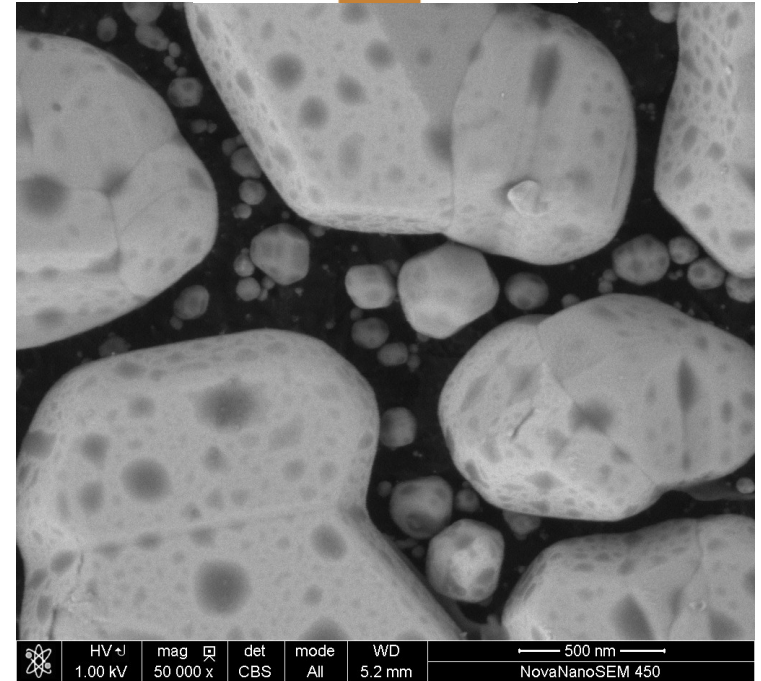


Illus. Phifer et al.,
Mic. Today 2009



1 KV sans polarisation

*Image possible
mais faible rapport Signal/Bruit*



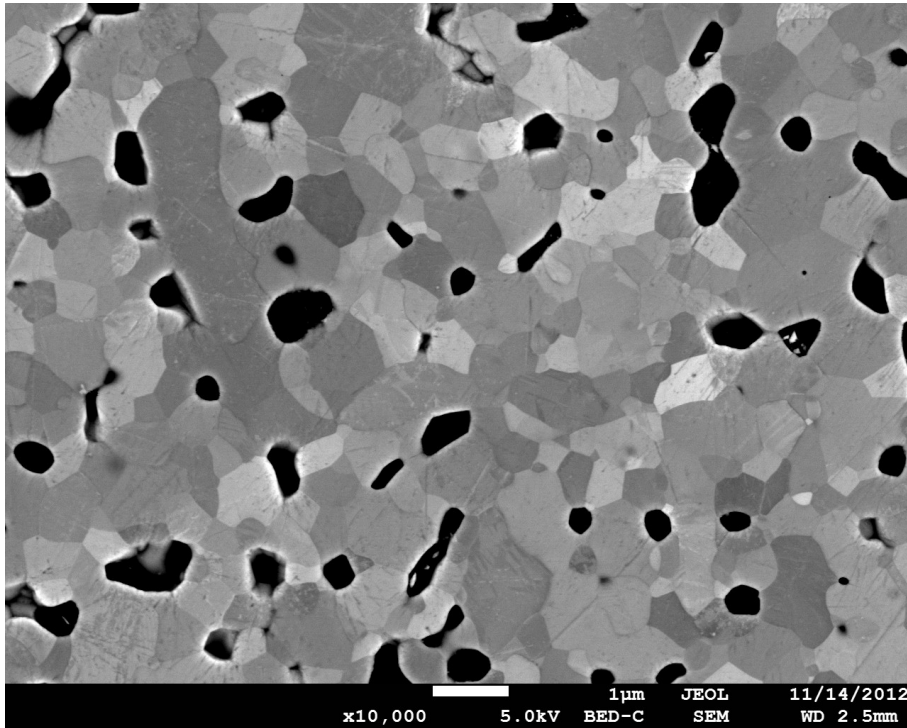
1 KV avec polarisation

Énergie des électrons primaires
à la surface de l'échantillon = 1keV

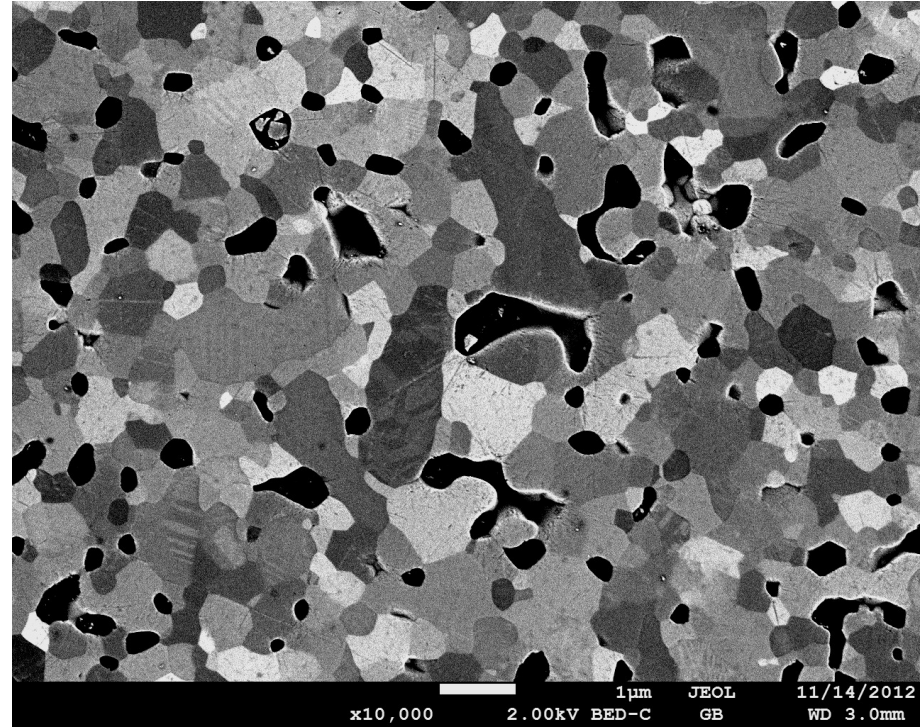
Énergie BSE à la surface du détecteur =
 $e(V_{\text{polarisation}}) + 1\text{keV}$ - Perte en énergie dans matériaux

La polarisation de l'échantillon permet de ré-accélérer les électrons ré-émis et donc leur détection.

Rôle de la polarisation de l'échantillon dans la détection à basse tension des électrons rétrodiffusés

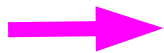


À 5kV Sans polarisation d'échantillon



À 2kV avec une polarisation d'échantillon de 2kV

Détecteur à diode solide dans la chambre dans les deux cas



Renforcement des contrastes chimiques avec l'application d'une polarisation.

Meilleur rapport Signal / Bruit

La détection à basse tension est contrainte par

Des détecteurs peu ou pas efficaces en dessous d'une certaine tension

Amélioration des détecteurs ou/et ré-accélérer les électrons émis

Des distances de travail courte

Des lentilles particulières pour la basse tension

Avec la présence d'un champ magnétique,

Ou avec la présence d'un champ électrique (dans la lentille ou polarisation de l'échantillon)

 **Fait remonter les électrons dans la colonne**

Solution de détection des SE et BSE à basse tension dans la COLONNE

Ces solutions de détection dans la colonne

Doivent s'adapter aux nouvelles colonnes électroniques .
Doivent permettre la détection des signaux en conservant la résolution instrumentale
....Sans modifier le faisceau incident

Les nouvelles colonnes **embarquent des solutions propres** pour la détection

Avec une **optimisation de la détection** (simulation des trajectoires électroniques des signaux re-émis)

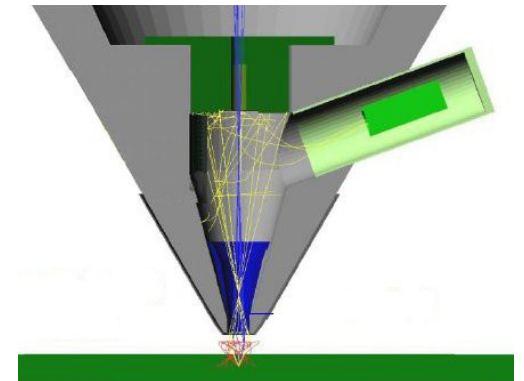
Permettant une bonne efficacité dans la collecte des signaux

De discriminer les différents signaux

Soit par un filtrage en énergie

Soit par un filtrage par angle solide

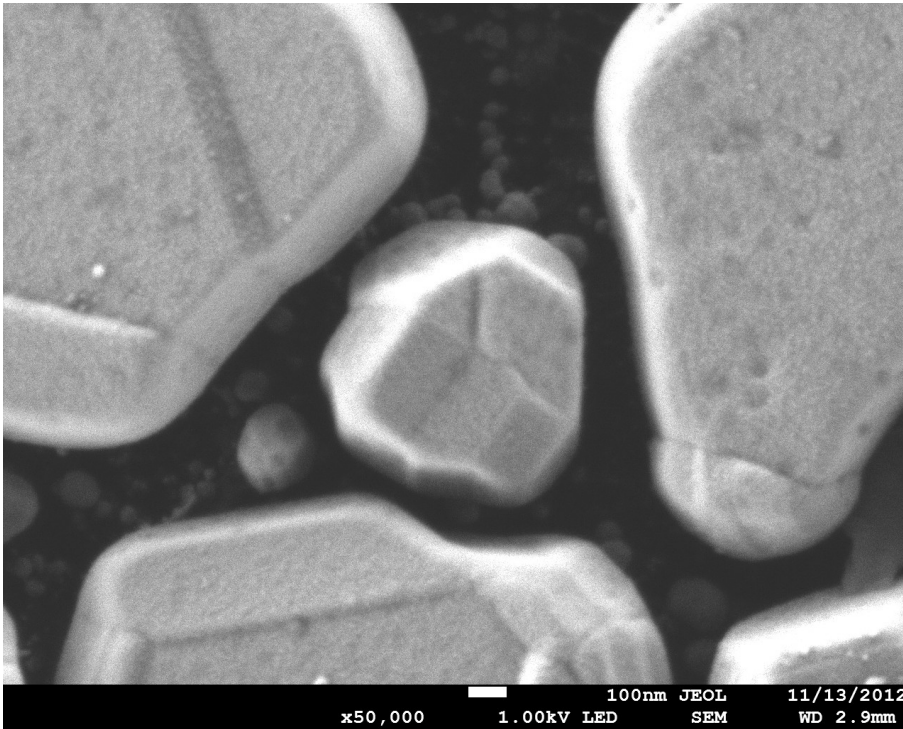
Signalons la volonté de proposer simultanément une image de chaque détecteur



***De nombreux brevets
protègent les différentes
solutions***

La détection des SE à basse tension

Cas de l'observation de grain d'or en électrons secondaires à 1 kV Sans polarisation de l'échantillon

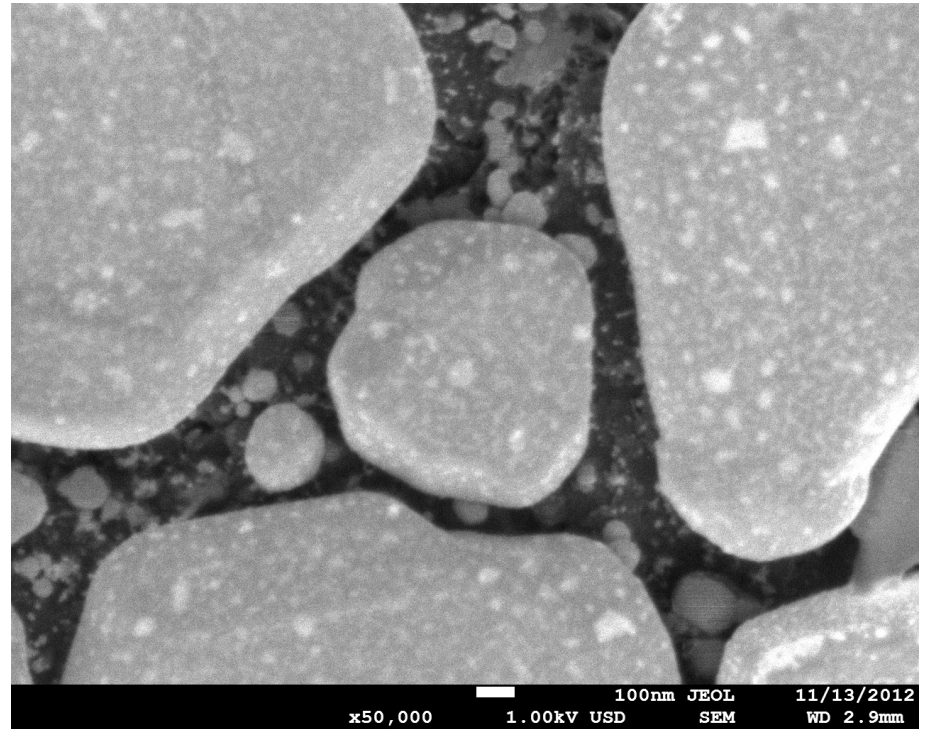


Détecteur EvT

Image avec de la topographie
due à une « *vue plus latérale* »

Surface des grains presque lisse

Détection des SE + BSE



Détecteur dans la colonne

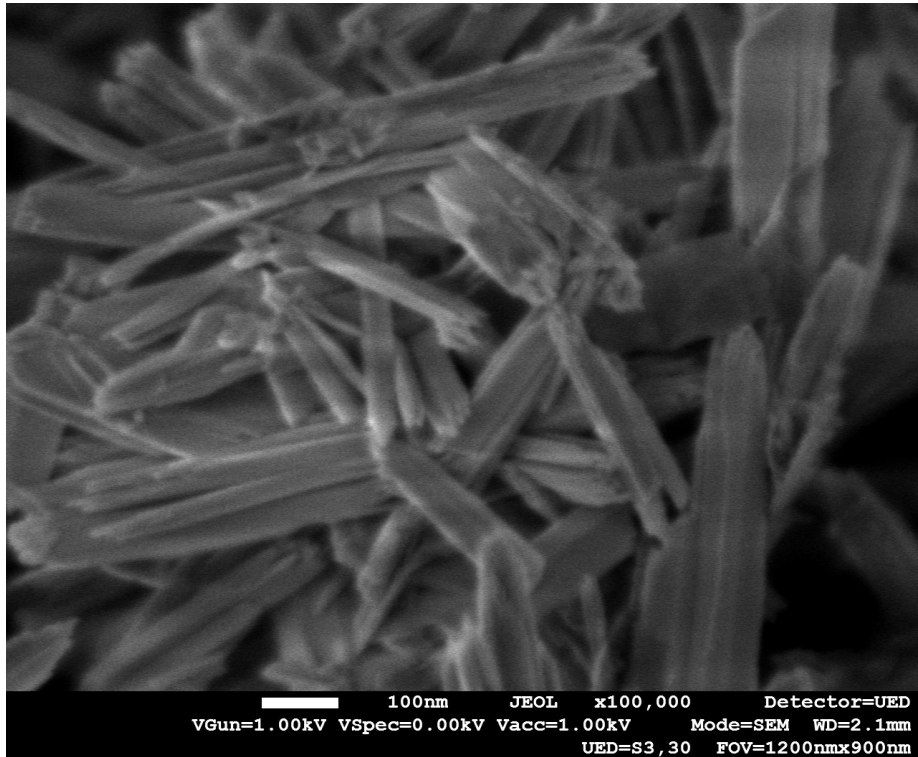
Image avec moins de topographie
« *vue de dessus* »

Surface des grains rugueux

Détection des SE1 + SE2

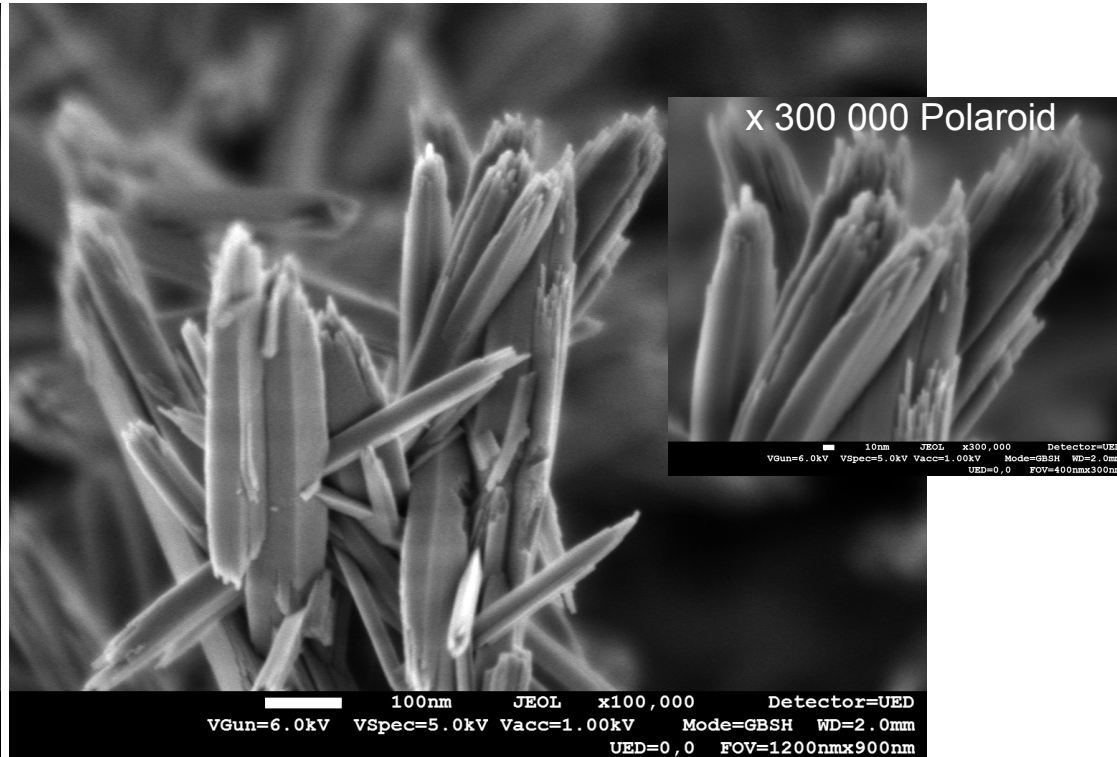
Apport de la polarisation de l'échantillon dans la détection des SE

Observation d'Hydroxyde de Fer en électrons secondaires à 1 kV



Sans polarisation de l'échantillon
x 100 000 Polaroid

*Image obtenue avec un
JEOL 7800F Prime*



Avec polarisation de l'échantillon
5000 V
x 100 000 Polaroid

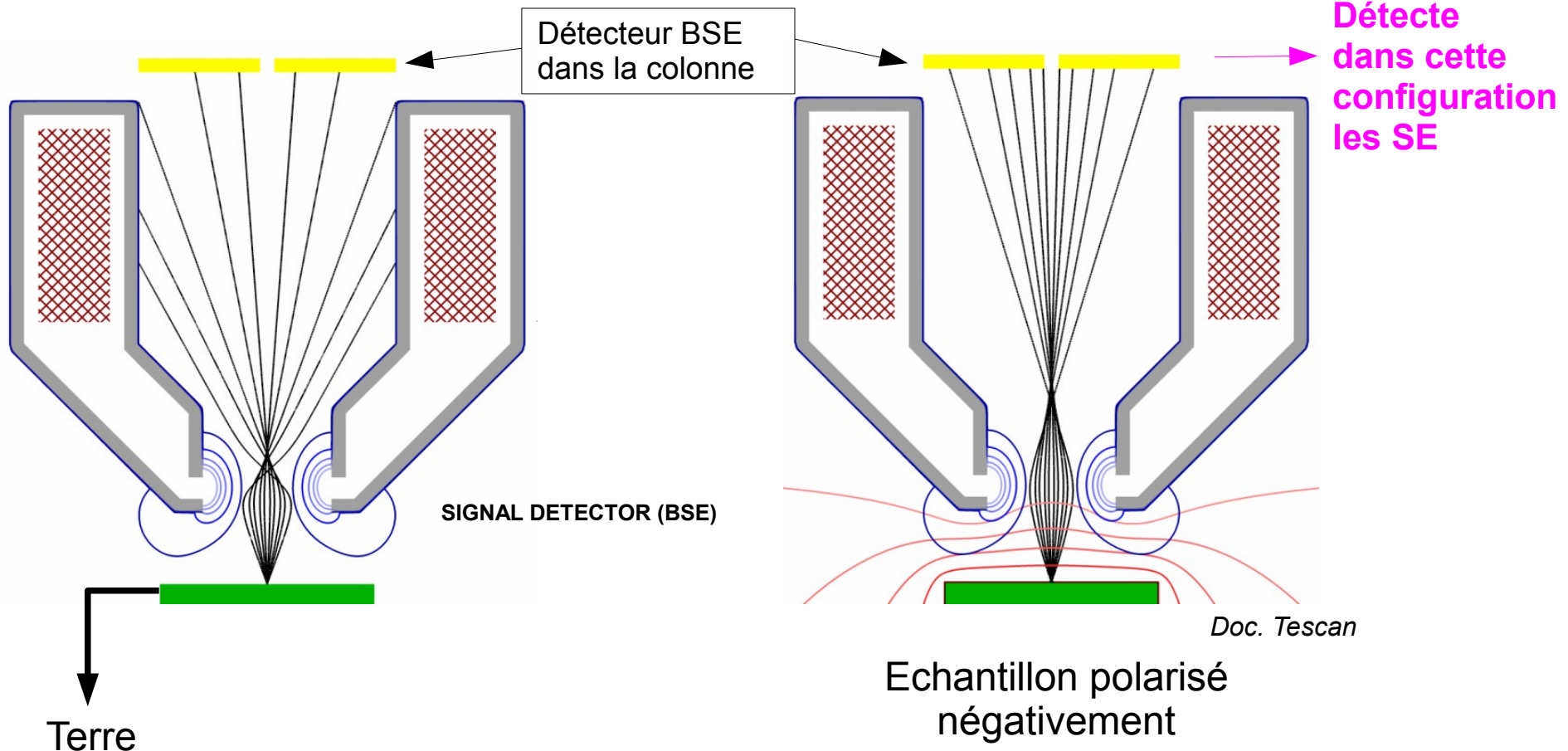
Augmentation de la résolution
Moins de charges
Bon rapport signal / bruit
Augmentation de la profondeur de champ

Remarque sur l'imagerie avec une polarisation d'échantillon :

L'affectation des détecteurs peut être modifiée

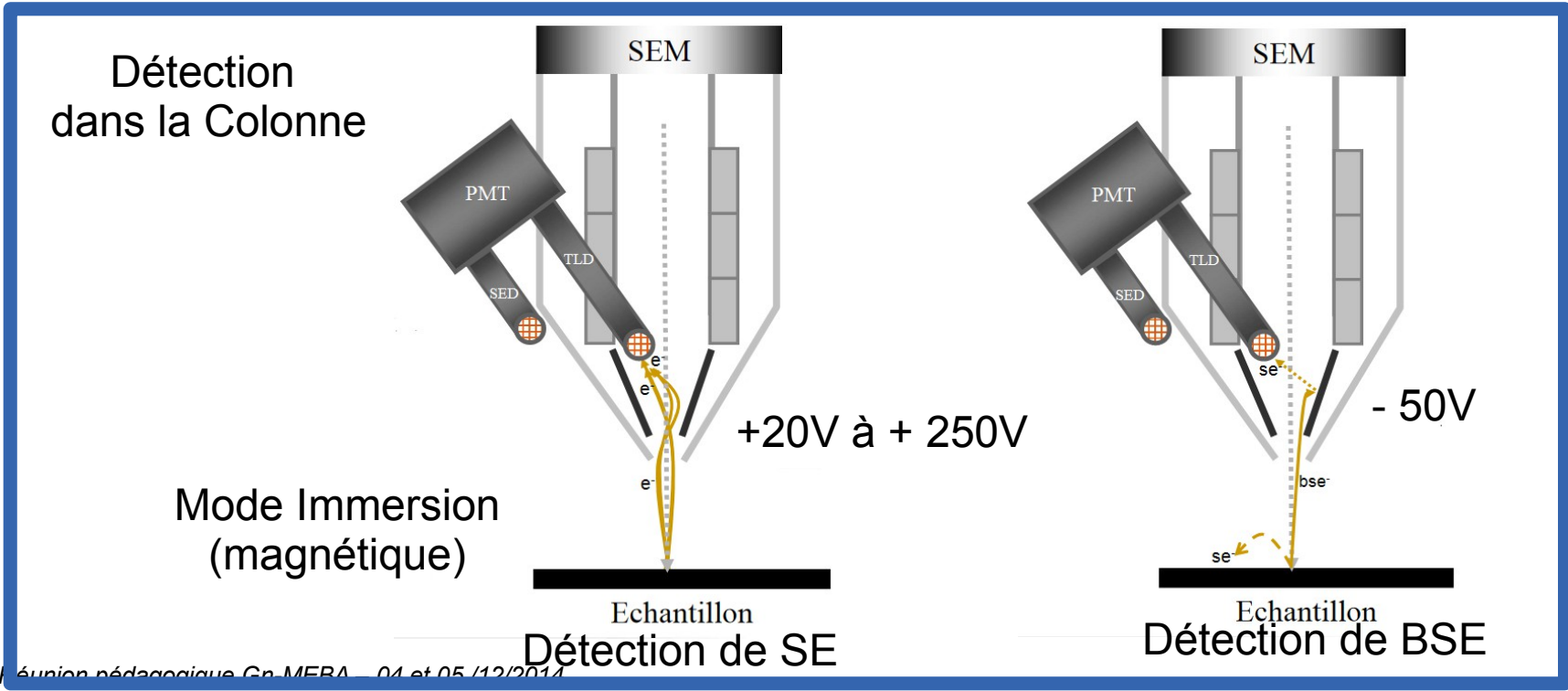
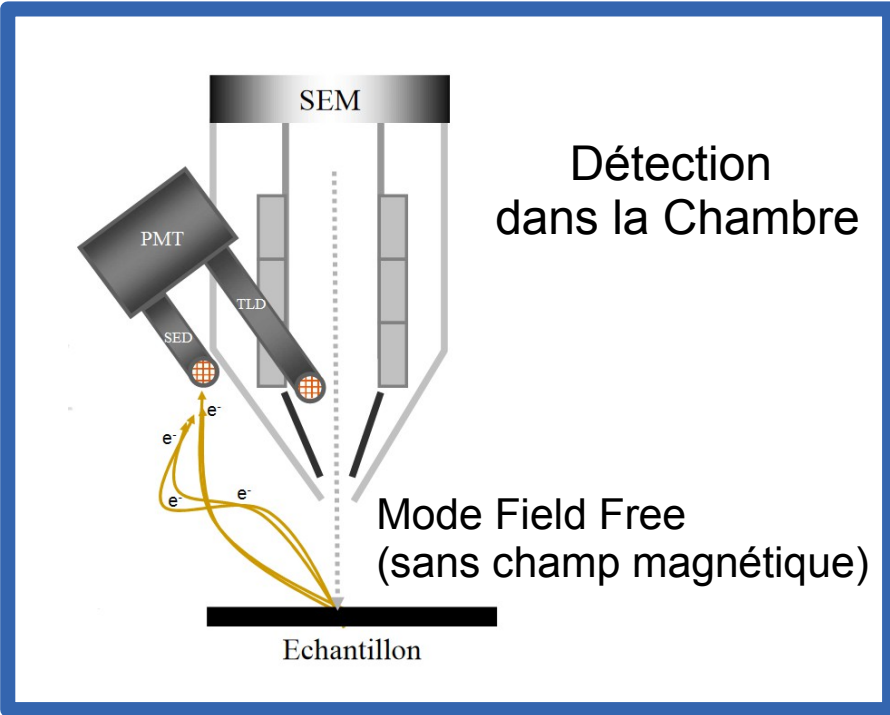
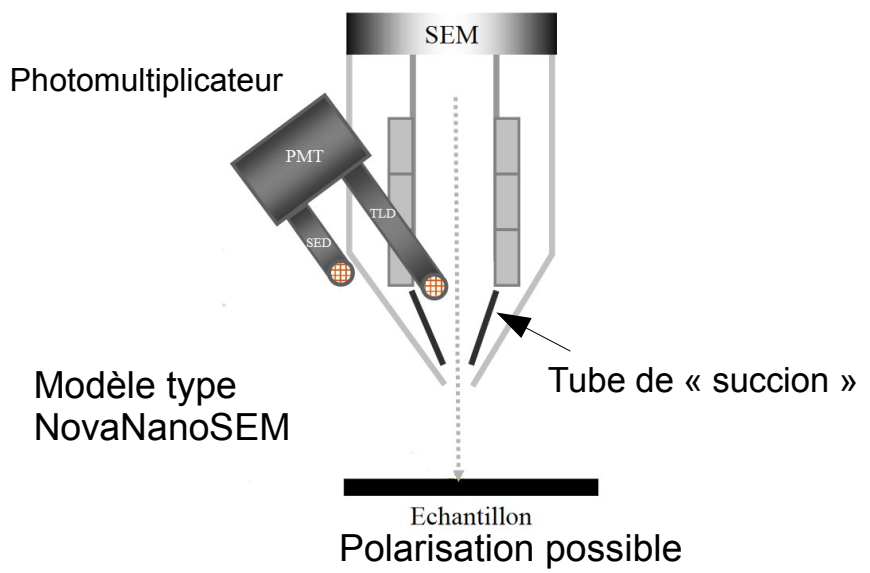
Le détecteur « central » dans la colonne utilisé pour la détection des BSE peut devenir le détecteur principal et collecter les électrons secondaires

En général le détecteur EvT n'est plus efficace car les lignes de potentiel « renvoient » les électrons soit sur le détecteur BSE externe (FEI) ou sur le détecteur BSE dans la colonne (JEOL, Tescan)



La détection dans une colonne avec une lentille à immersion magnétique

Choix technologique chez FEI



La détection dans une colonne avec une lentille à immersion magnétique

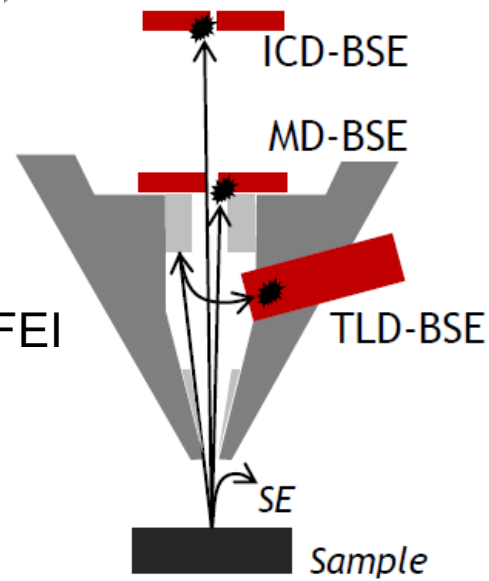
Nouveau développement : Détection à plusieurs niveaux dans la colonne

Choix technologique chez FEI

Silice mésoporeuse SBA-15 avec des particules catalytiques

2 kV – Sans polarisation d'échantillon

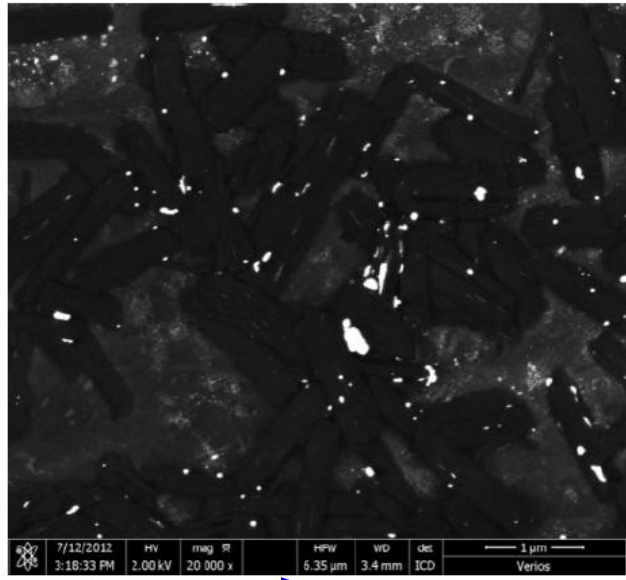
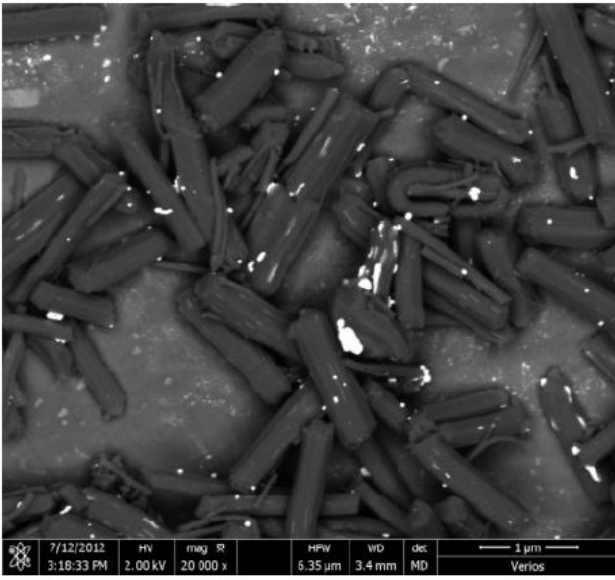
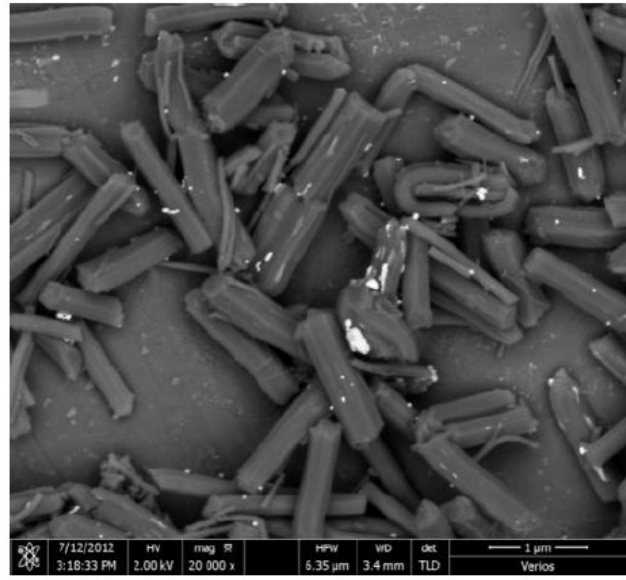
MEB Verios XHR FEI



Through the Lens
TLD - BSE

Mirror detector
MD - BSE

In-Column
ICD - BSE



Augmentation du contraste chimique par filtrage angulaire

Doc. FEI

Collecte des BSE de plus en plus « chimique » (*faible angle par rapport à la normale à la surface*)

Nouveau développement : Détection à plusieurs niveaux dans la colonne

Choix technologique chez HITACHI

La sélection des signaux est basée sur une solution ExB + Filtrage angulaire

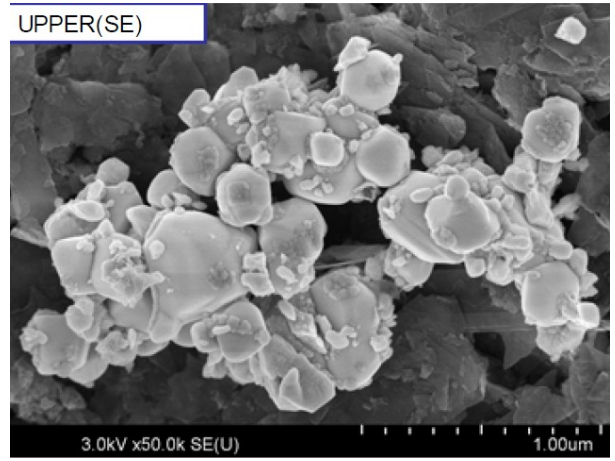
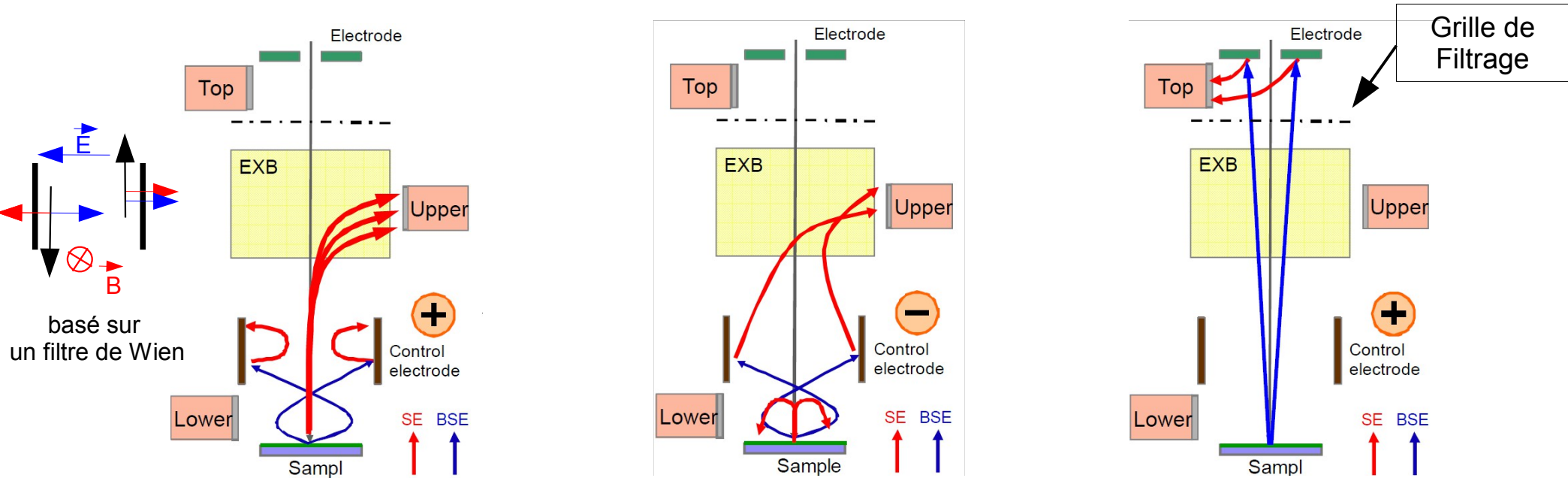


Image SE

Contraste topographique

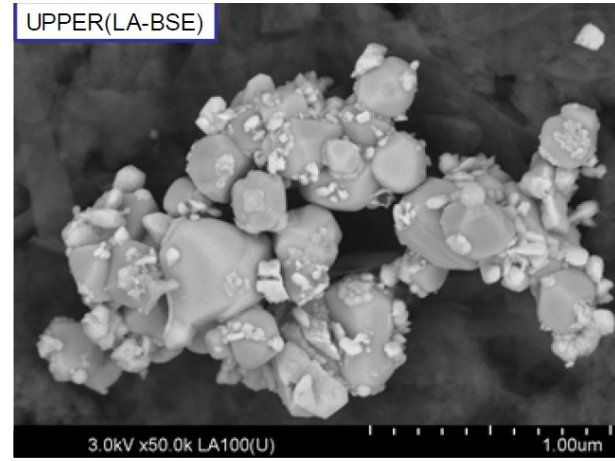


Image BSE - LOW angle

Contraste topographique + Chimique

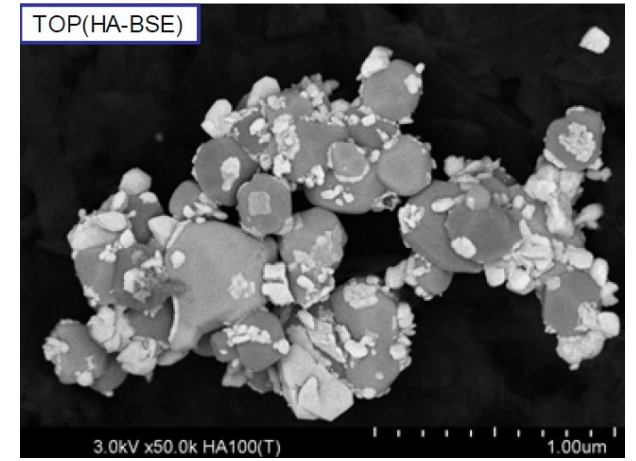


Image BSE - HIGH angle

Contraste Chimique

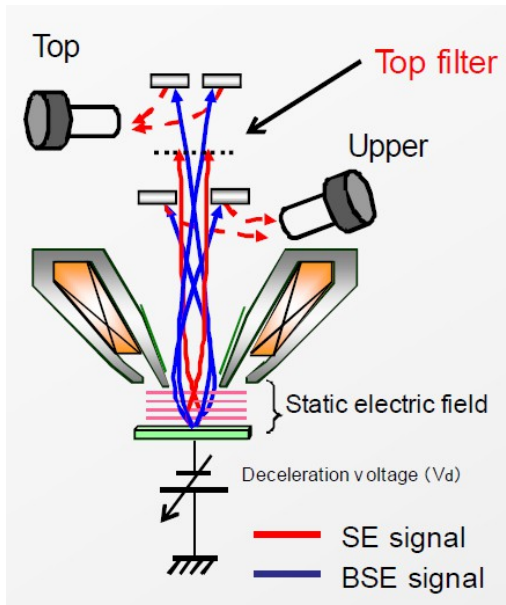
Poudre de catalyseur photonique – EHT = 3 kV

Référence angle = Surface échantillon

Doc. Elexcience - Hitachi
Photo : Univ de Nagaoka

La détection dans une colonne avec une lentille à immersion magnétique

Nouveau développement = Ajout de la polarisation d'échantillon à la détection dans la colonne



Détecteur utilisé : TOP détecteur

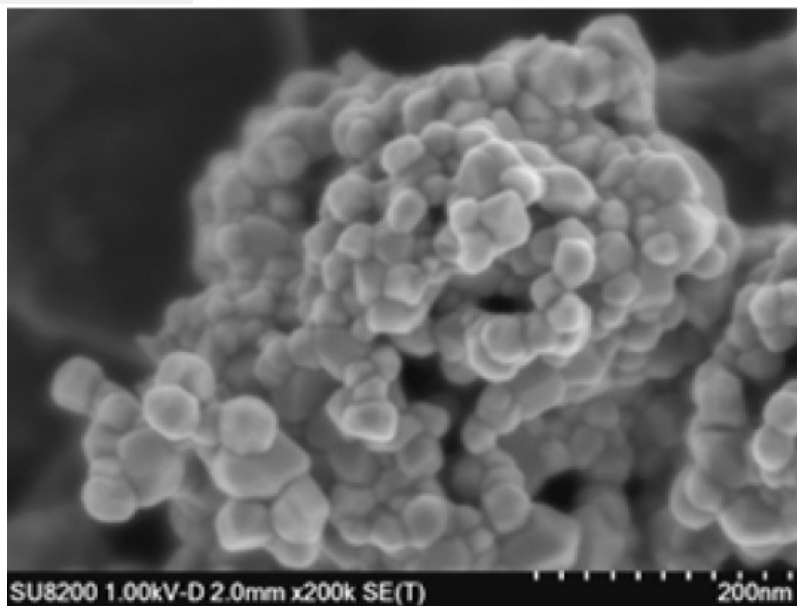
Nécessite un filtrage en énergie pour séparer SE et BSE

Tension d'atterrissage = 1 kV

Tension d'accélération = 3kV

Doc. Elexcience - Hitachi

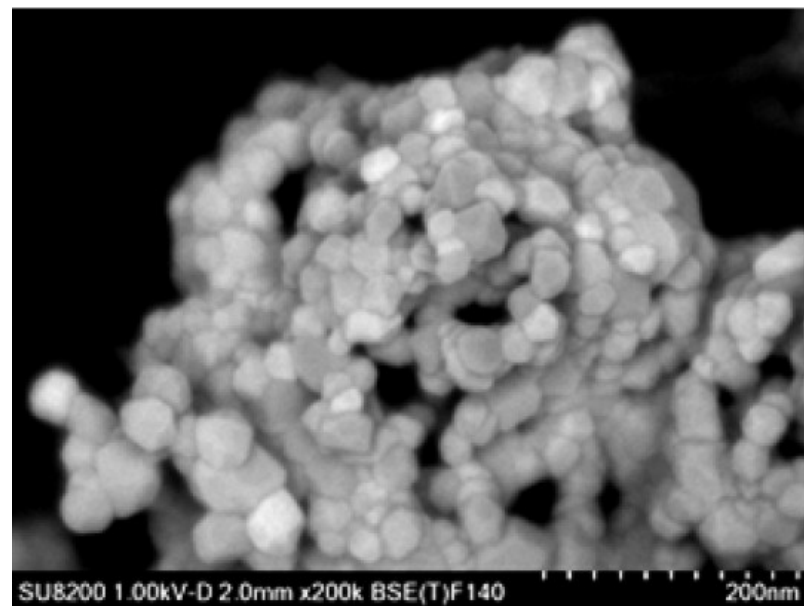
Particule de RuO₂



Tension du filtre = 0 V

Pas de filtrage →

Composante topographique



Tension du filtre = - 2800 V

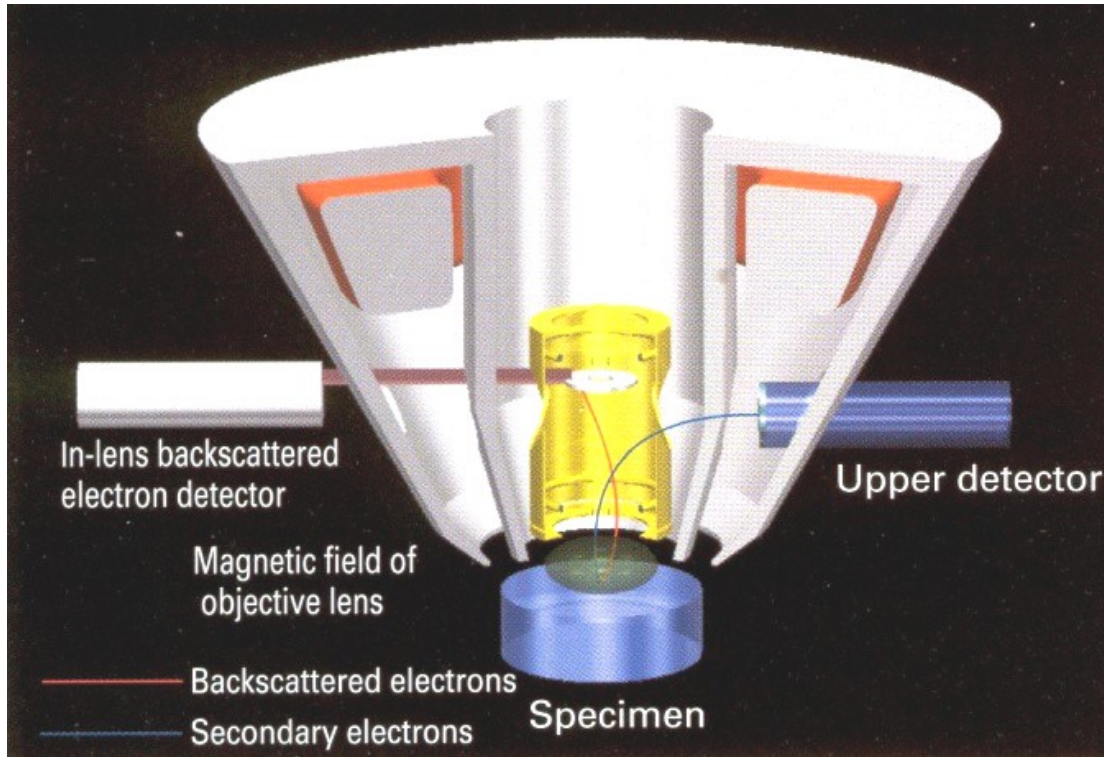
Composante Chimique

La détection dans une colonne avec une lentille à immersion magnétique

Choix technologique chez JEOL

Cas d'une cathode froide

La sélection des signaux est basée sur une solution r-filter



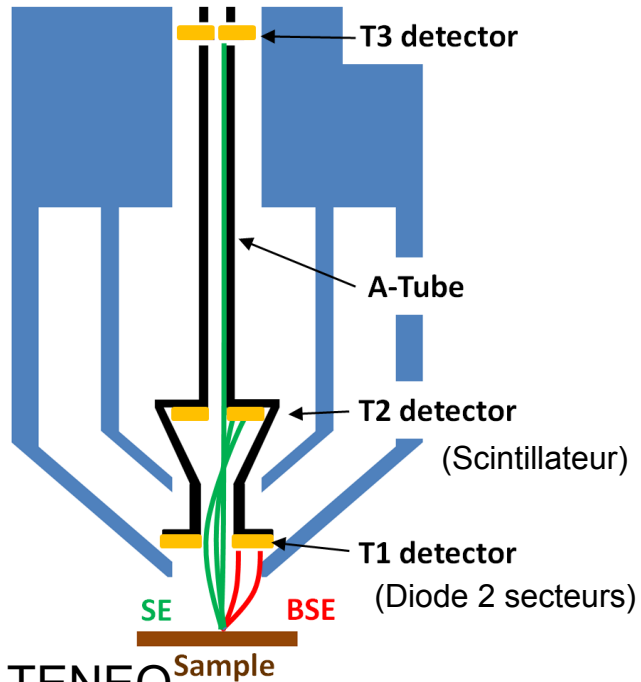
Le r-filter associe différentes électrodes cylindriques pour permettre le filtrage des signaux (Électrode accélératrice, intermédiaire basse, intermédiaire haute, retardatrice)

a été initialement installé sur JSM 7400

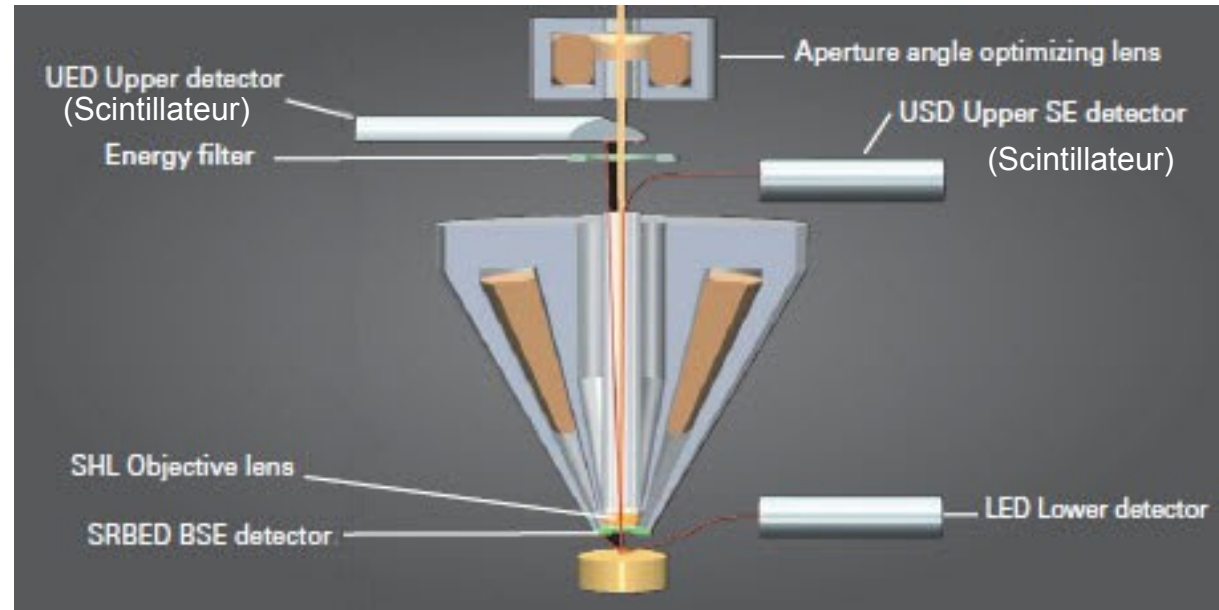
Doc. JEOL

Il permet en particulier d'éliminer les SE de très basse énergie provenant des effets de charge mais aussi de sélectionner les différents signaux (BSE et SE)

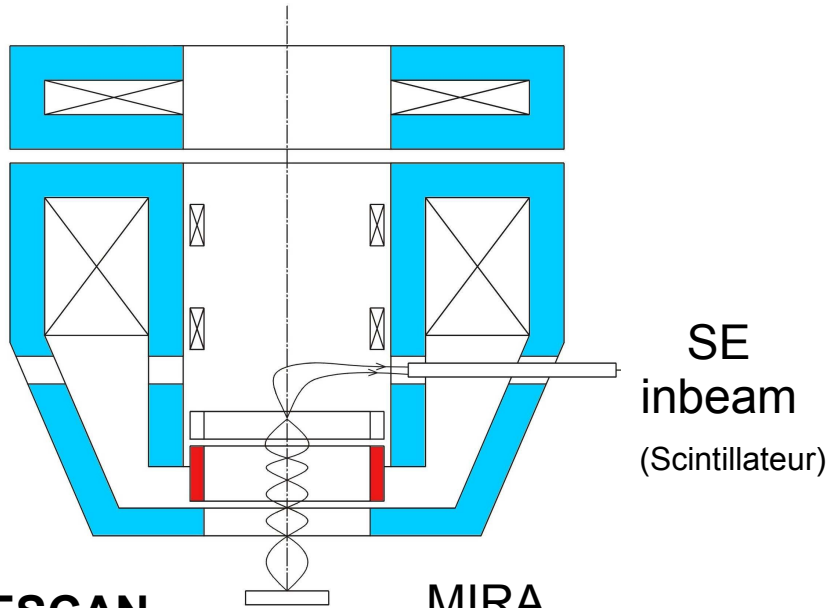
La détection dans une colonne avec une lentille électrostatique



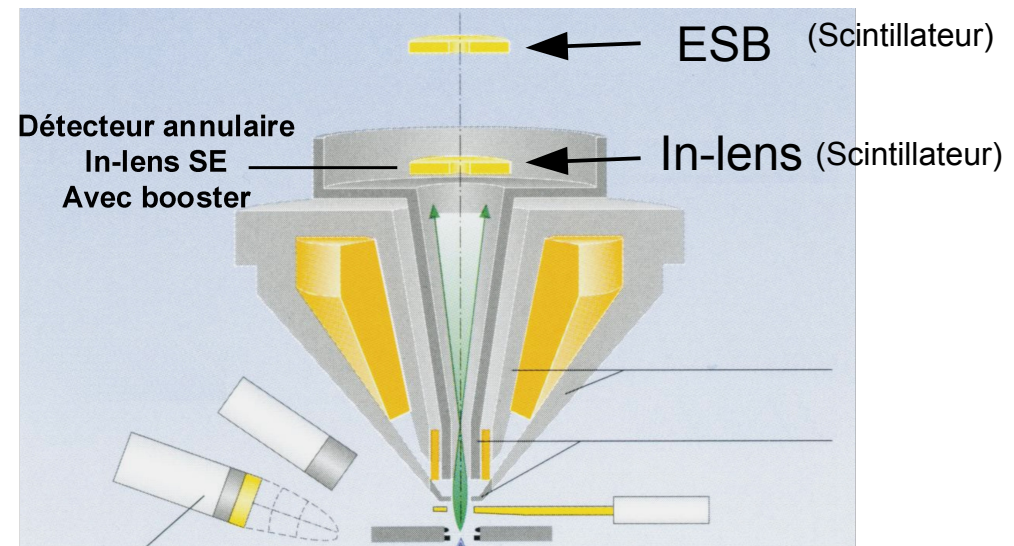
FEI - Teneo
Trinity système



JEOL - JSM7800F



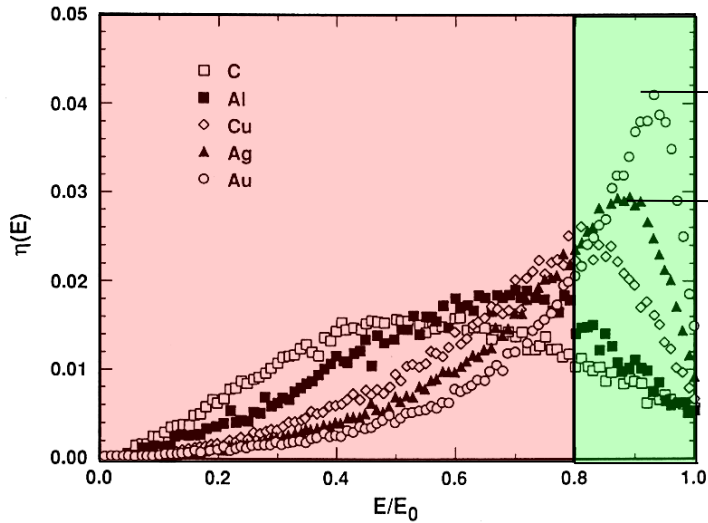
TESCAN MIRA



Doc, ZEISS

ZEISS - Colonne GEMINI

Filtrage des électrons rétrodiffusés



Filtre type « Passe haut »

Maximum de contraste chimique

Et profondeur d'information réduite

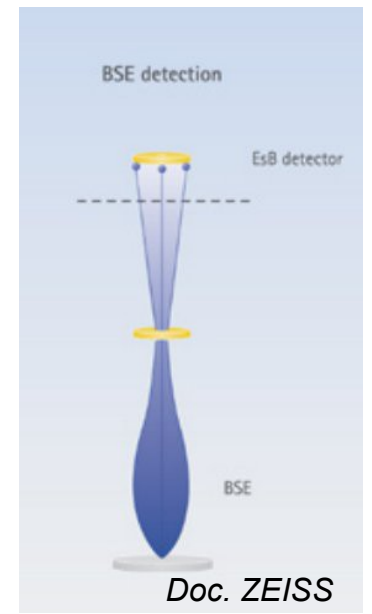
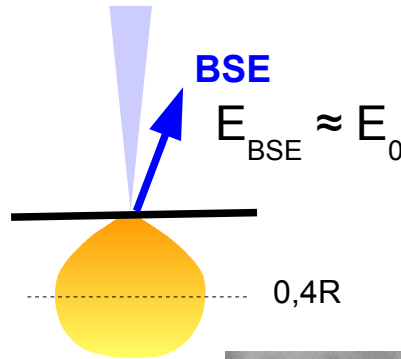
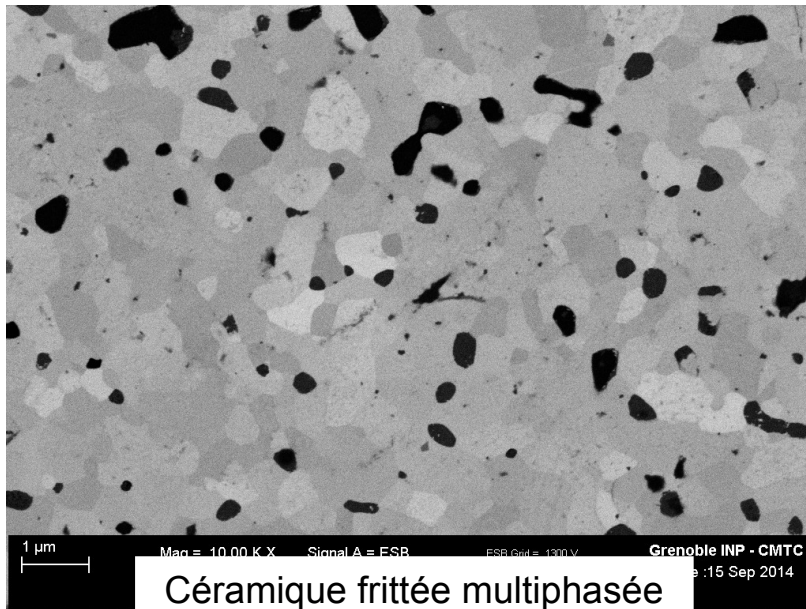
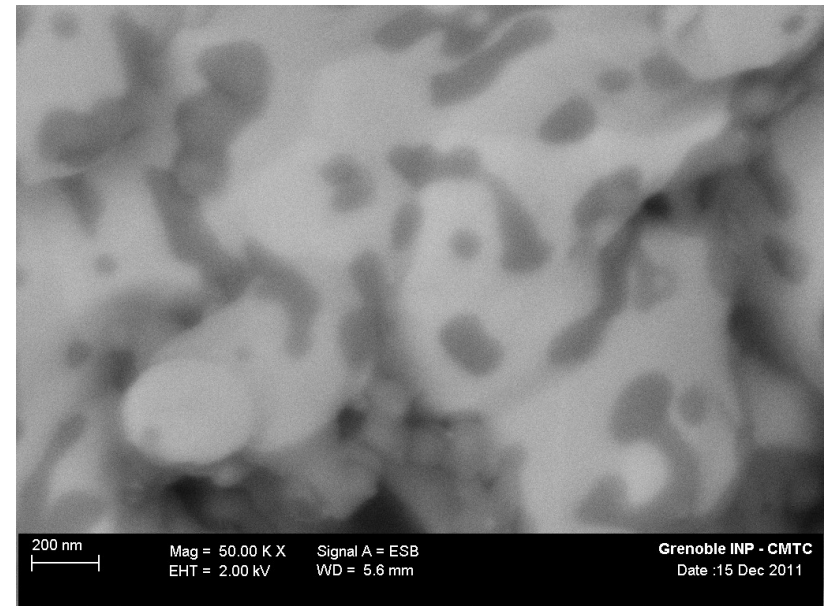


Image BSE filtrée chez ZEISS

Permet de sélectionner les **Low loss BSE**



Céramique frittée multiphasée
(Zirconium + Manganite de Lanthane)
HV = 1,5kV - Grille = 1300 V

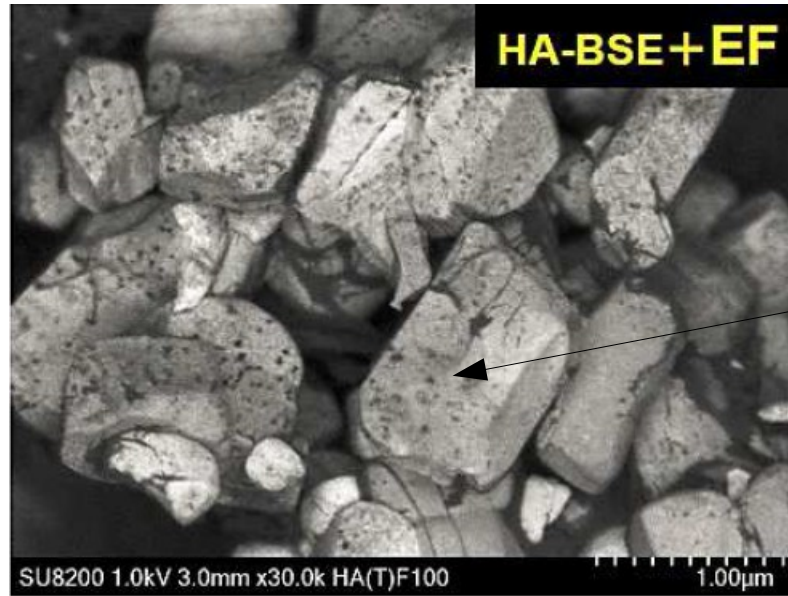
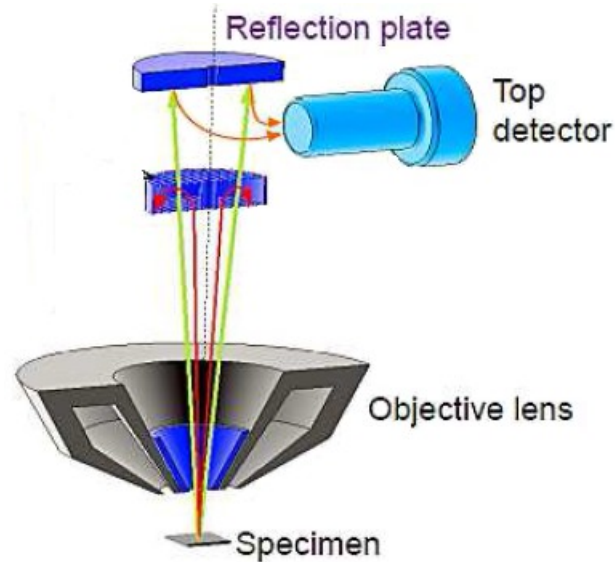
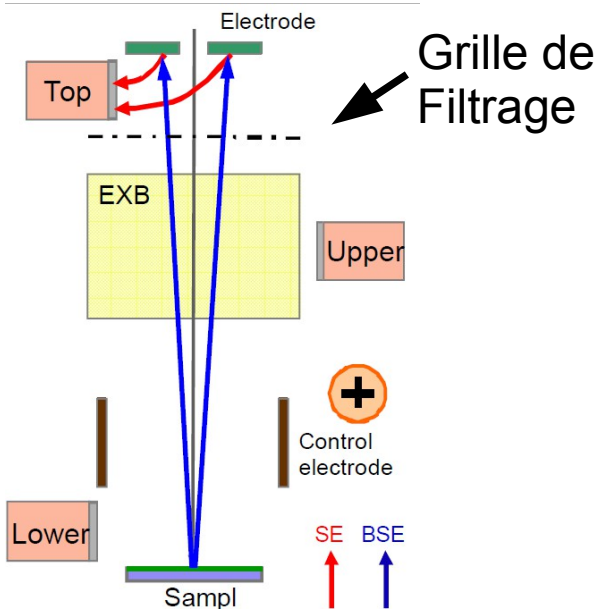


SiGe – Image BSE à 2 kV – Grille = 1000 V

$1,3 \text{ keV} < E_{BSE} < 1,5 \text{ keV}$ \rightarrow Perte d'énergie % pic élastique = 200 eV

Image BSE filtrée chez Hitachi

Disponible à partir de la série S8200 - 2013



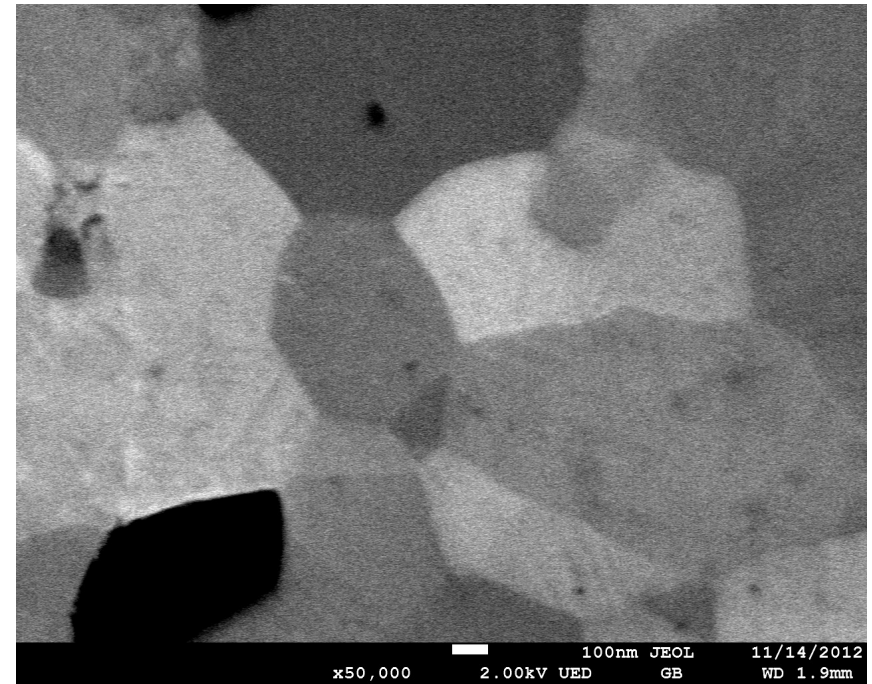
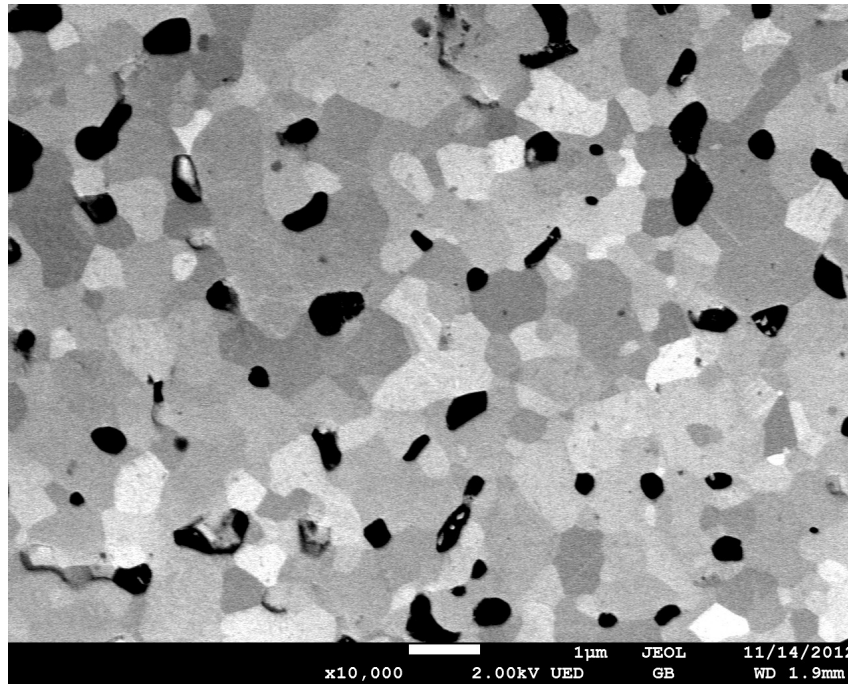
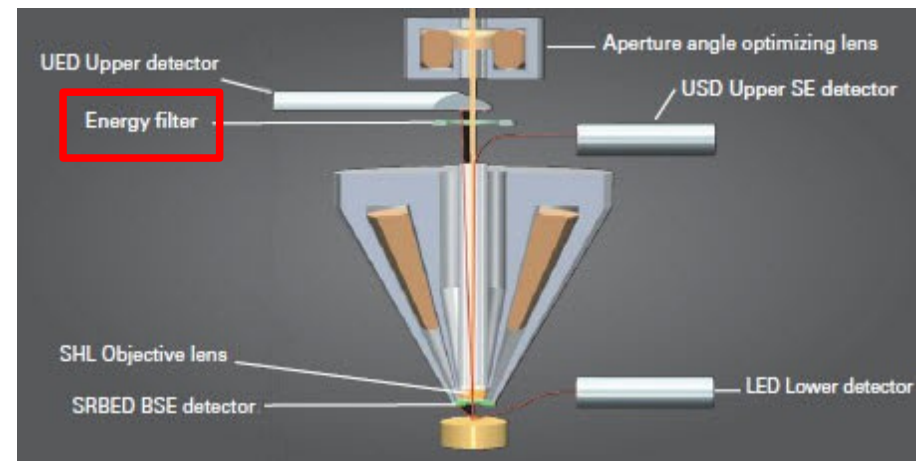
Mise en évidence de petite phase légère

Cathode ion Li pour batterie 1 kV

Image BSE filtrée chez JEOL

Couplage avec la polarisation d'échantillon

Céramique frittée multiphasée
(Zircone + Manganite de Lanthane)



Polarisation échantillon (GB) = 500 V

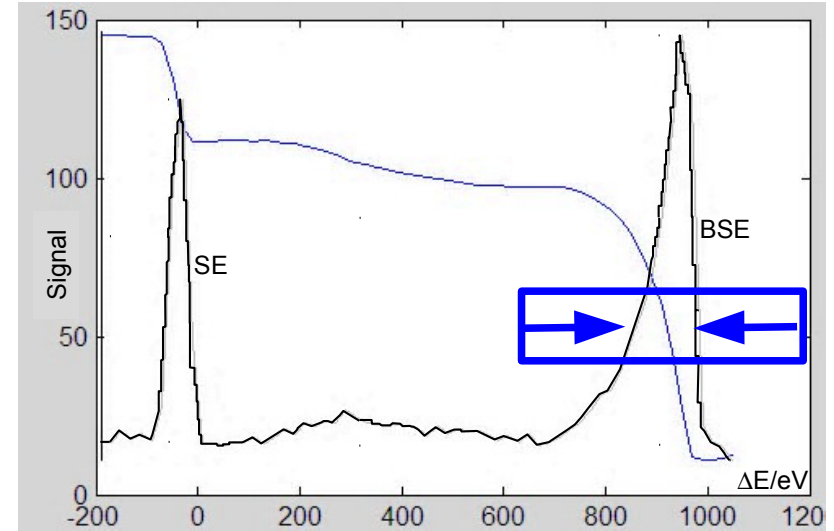
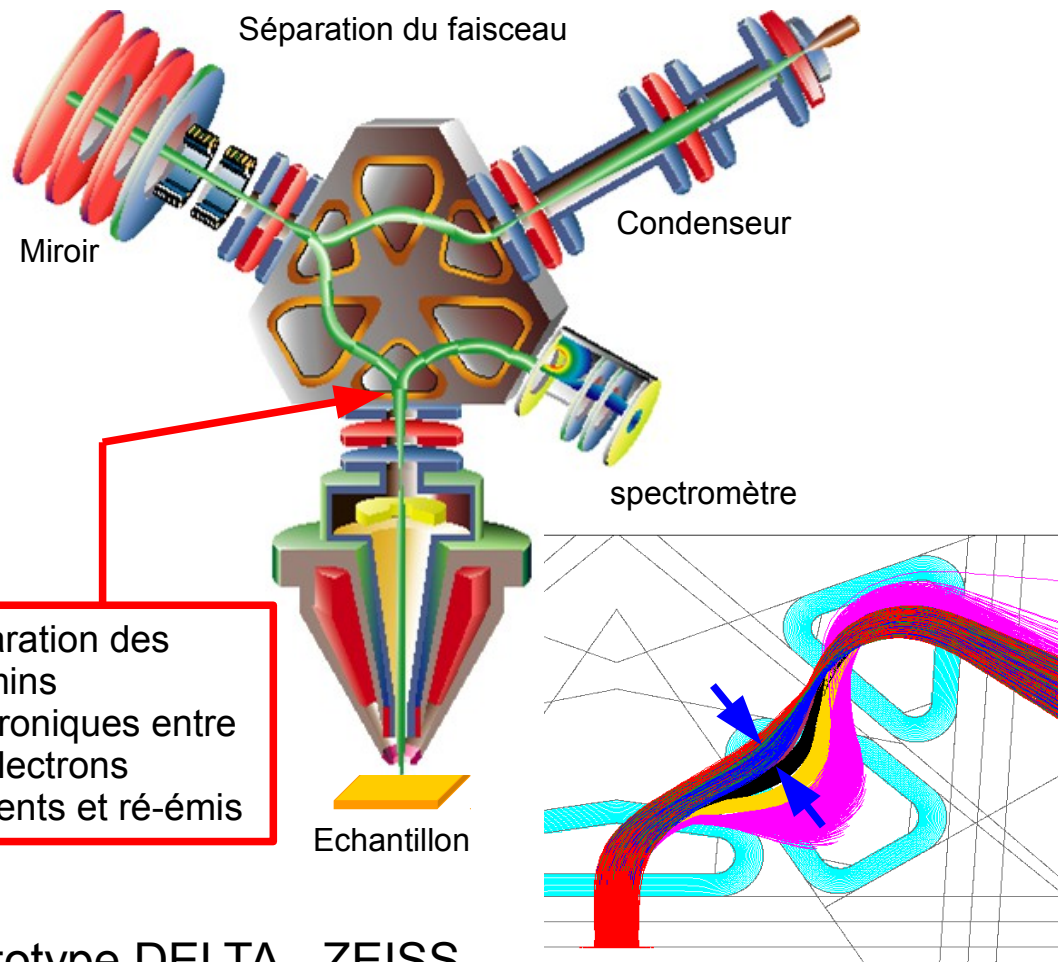
Filtre devant le détecteur BSE colonne (UED) = -1000 V

→ 1keV < Energie des BSE collectés < 2,5 keV

Nouveau développement

Détection des signaux à partir d'un spectromètre en énergie

Résolution énergétique 10 eV
... option 2 eV



Fenêtre énergétique réglable

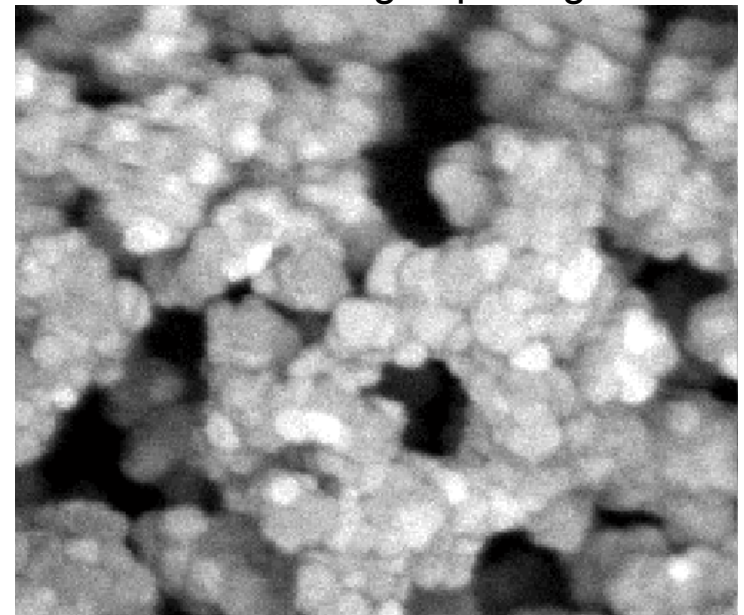


Image BSE avec seuil de perte d'énergie de 100 eV (low loss BSE)

Prototype DELTA - ZEISS

Tension d'accélération = 1keV
Echantillon : Mélange de poudre de TiN et de TiO₂
x100.000

MERCI de votre attention

Merci à D. Boivin et J. Ruste pour leur documentation

Merci au Gn-MEBA pour son invitation

Merci aux constructeurs pour leurs discussions et leurs documents

M. Trentin, M. Dupuy, FEI

M. Grenut, Elexcience, Elexcience -HITACHI

M. Charles, JEOL

M. Barresi, TESCAN

M. Vuillaume, ZEISS

Sources

Low Voltage Electron Microscopy: Principles and Applications,

David C. Bell (Editor), Natasha Erdman (Editor), RMS - Royal Microscopical Society, Janvier 2013

A novel FE-SEM column with beam deceleration technology for improving low-voltage resolution,

J Jiruse and all, Tescan,

From the physics of secondary electron emission to image contrasts in scanning electron microscopy,

J. Cazaux, Journal of Electron Microscopy, 2012

