



# Détecter un signal et acquérir une image dans le MEB Optimiser l'acquisition

Guillaume WILLE  
g.wille@brgm.fr



*On l'oublie souvent, mais...*

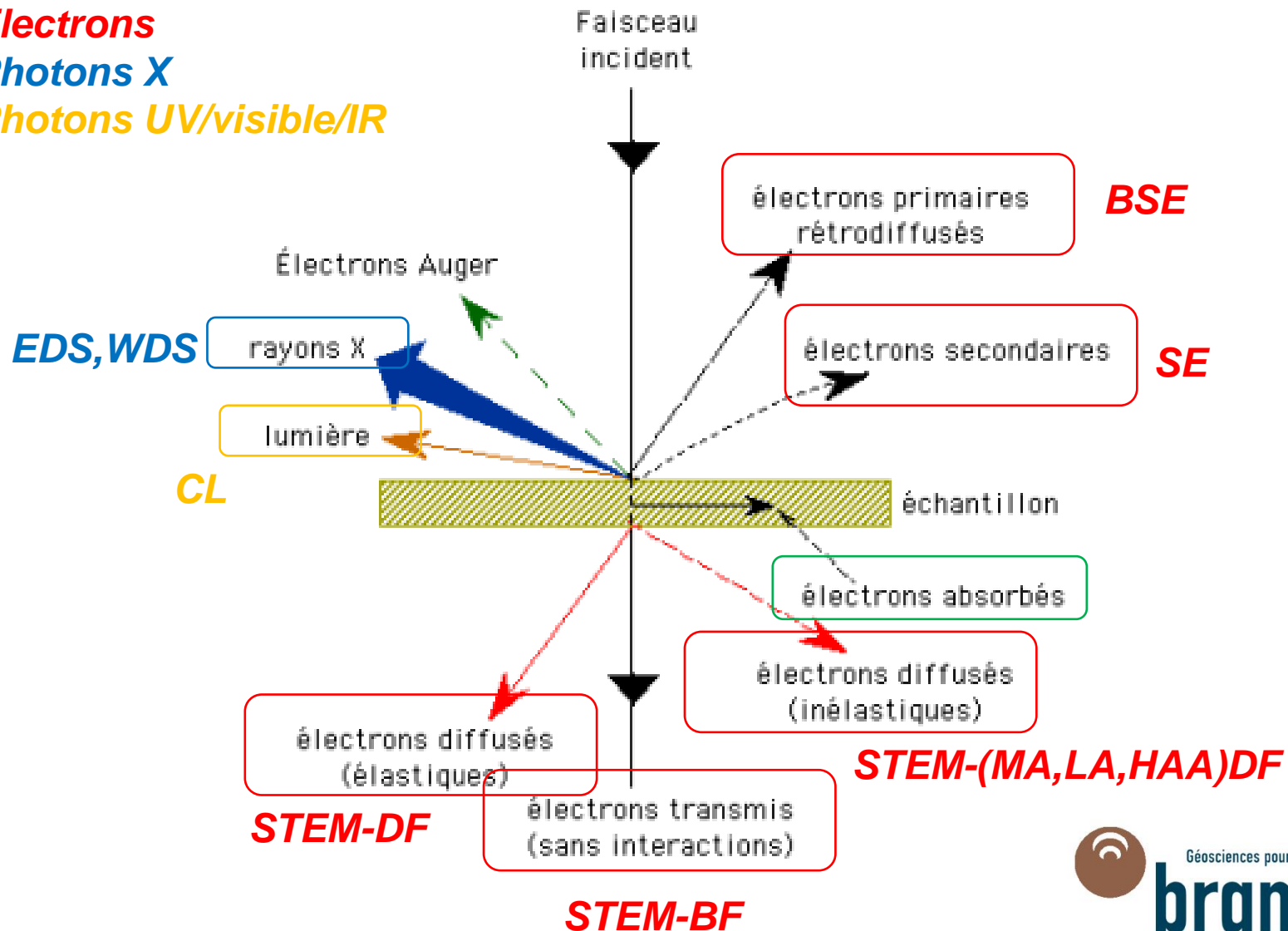
***La meilleure donnée est celle qui  
répond à la question posée...  
ni plus, ni moins !***

# Les différents signaux dans le MEB

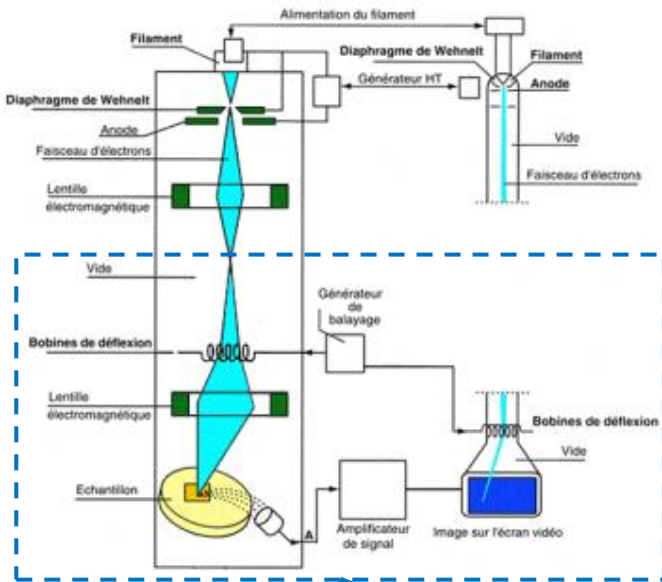
**Electrons**

**Photons X**

**Photons UV/visible/IR**



# Formation de l'image dans le MEB



**Interactions électrons - matière  
en un point de l'échantillon**



**Emission d'un signal**



**Détection du signal par un  
détecteur**

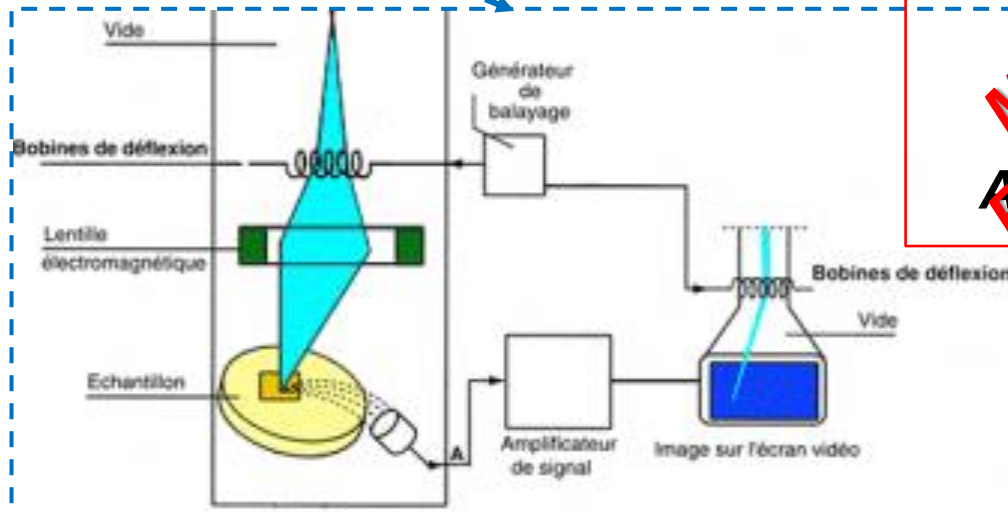


**Traitement du signal**



**Affichage de la donnée**

**Moyens de détection  
Paramètres d'acquisition  
et de traitement?**



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

# Détection des électrons

# Détection des électrons

## *Détection des électrons*

### **Détecteur solide Semi-conducteur**

*Création de paires  
électrons-trous induite  
dans un matériau semi-  
conducteur par un  
électron incident  
d'énergie  $E$*

*Couplé à un  
amplificateur et une  
mesure de courant*

### **Scintillateur**

*Matériau organique ou  
inorganique qui émet de  
la lumière par  
interaction avec un  
rayonnement ionisant*

*Généralement couplé à  
un photomultiplicateur*

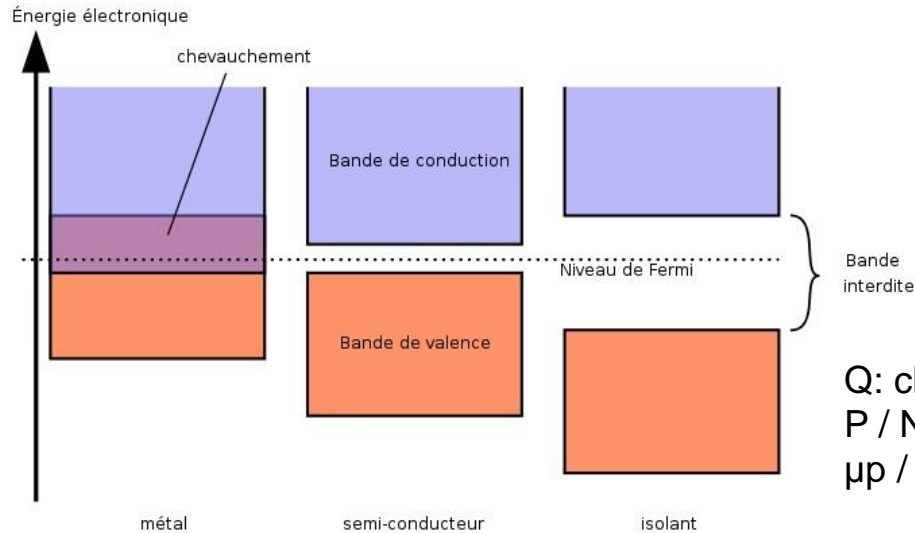
### **Autres**

*Cage de Faraday*

*Plaque / grille de  
récupération d'électrons  
couplé à une mesure de  
courant*

*Emulsion  
photographique*

# La diode semi-conductrice



Conductivité U  
dans un semi-conducteur P-N

$$U = q \cdot (N \times \mu_n + P \times \mu_p)$$

Q: charge de l'électron

P / N: densité de trous positifs / des électrons

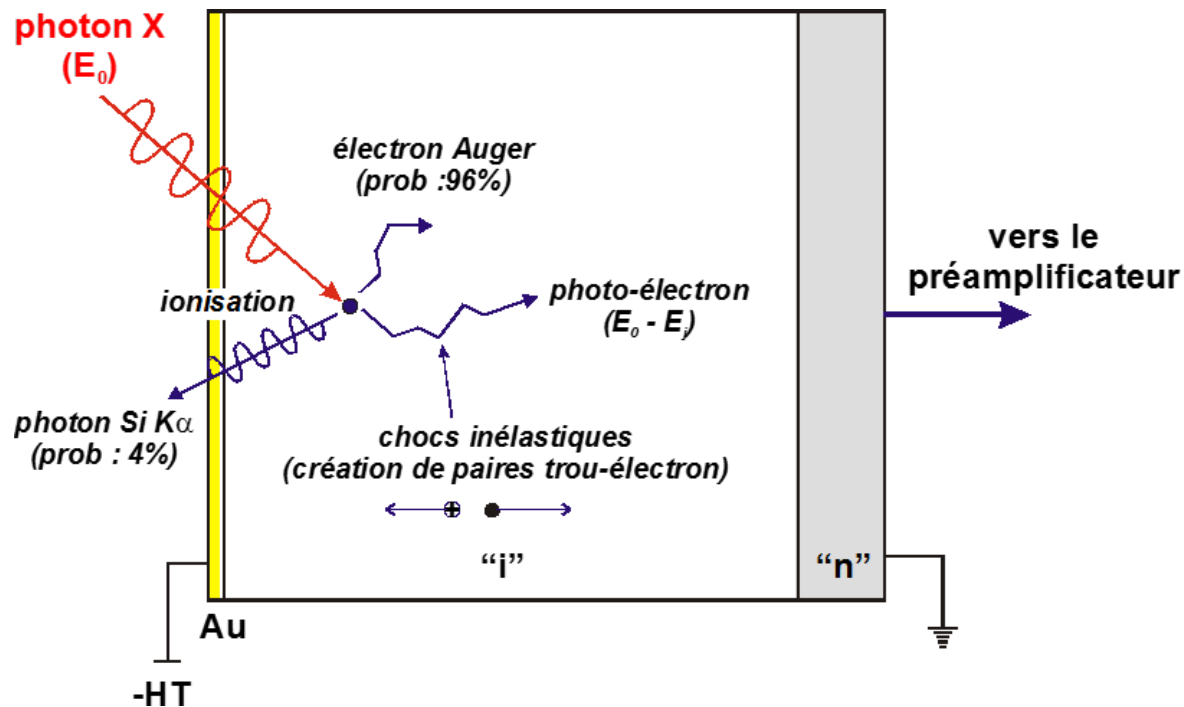
$\mu_p$  /  $\mu_n$ : mobilité des trous / des électrons ( $m^2/V.sec$ )

Dans un semi-conducteur, un  $e^-$  de la bande de valence peut atteindre la bande de conduction via un apport énergétique lui permettant de franchir la bande interdite d'énergie  $E_g$ .

$E_g$  peut être abaissé en introduisant des impuretés (dopage)

- Excès d'électrons: type N
- Excès de charges positives: type P

# Semi-conducteur - détection des électrons



Le bombardement par les électrons incidents crée des paires électrons-trous dont le nombre dépend de la nature du semi-conducteur (Si 3.6eV, GaAs 4.6eV) et de l'énergie des électrons incidents.

La polarisation entraîne la collection d'un signal électrique traduisant le nombre et l'énergie des électrons collectés.

# Scintillateur

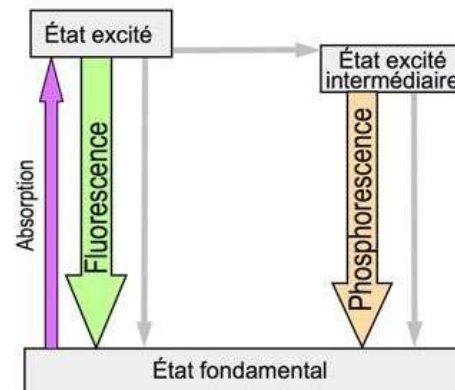
Sous l'effet du bombardement par un rayonnement ionisant, les électrons des atomes constituant le scintillateur passent dans un état excité, et la désexcitation s'effectue par émission de photons dits "de scintillation".

Il est couplé à un photomultiplicateur

Les matériaux utilisés sont de deux types:

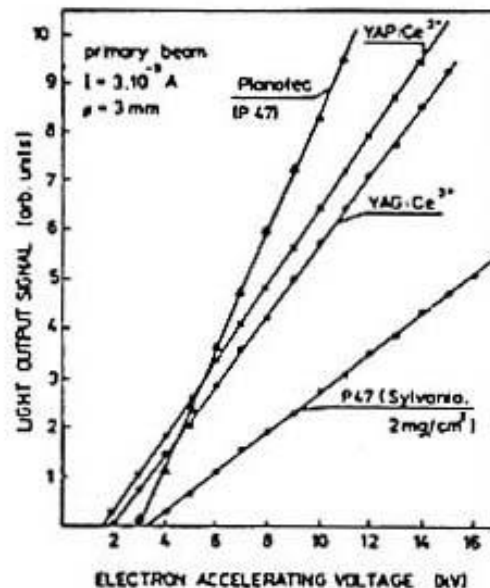
- Organique (anthracène, stilbène, naphthalène, terphényle...)
- Inorganique (YAG, YAP, iodure de Na, germanate de Bi, phosphore...)

Le nombre de photons produits est proportionnel à l'énergie de la particule



# Scintillateurs

Scintillateur	Structure	Longueur d'onde (nm)	Efficacité radiative (%)	Temps de décroissance (ns)	Durée de vie (h)	
plastique NE 102 A	amorphe	416		2,4	0,9	*
polymère	amorphe	420		5	$>10^4$	
verre (Li)	amorphe	395		75	10	
CaF2 (Eu)	monocristal	435		1000	$5 \cdot 10^3$	
P 47	poudre polycristalline	380-415	6-8	38-50	100	
P 46	poudre polycristalline	560	4	75	$2 \cdot 10^4$	
YAG : Ce <sup>3+</sup>	monocristal	560	7	80-110	$>10^4$	**
YAP : Ce <sup>3+</sup>	poudre polycristalline	380	7	30		
YAP : Ce <sup>3+</sup>	monocristal	378	7	30	$>10^4$	**



*D'après Autrata et al., Scanning Electron Microscopy, II, 489-500, (1983)*

*\*: Robinson (1980) \*\* Autrata (1983)*

## Le scintillateur

- Constitué soit d'un cristal, soit d'une poudre mélangée à un liant
- Caractéristiques principales:
  - Efficacité de conversion électrons / photons
  - Vitesse de réponse ( $> 10\text{MHz}$ )
  - Adapté au guide de lumière et à la photocathode
  - Rapport signal / bruit
  - Durée de vie

# Détection des électrons secondaires

# Détection des électrons secondaires

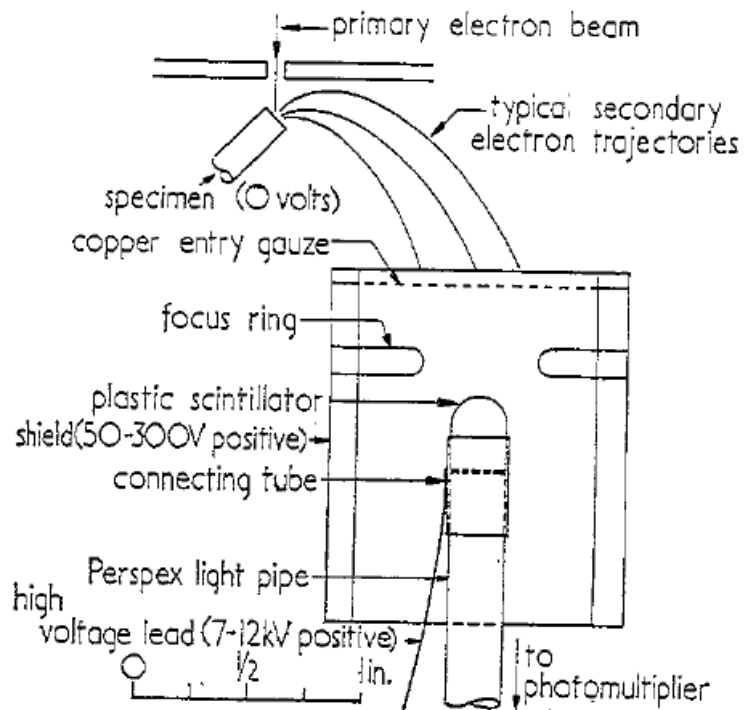


Fig. 1. Diagram showing collector geometry

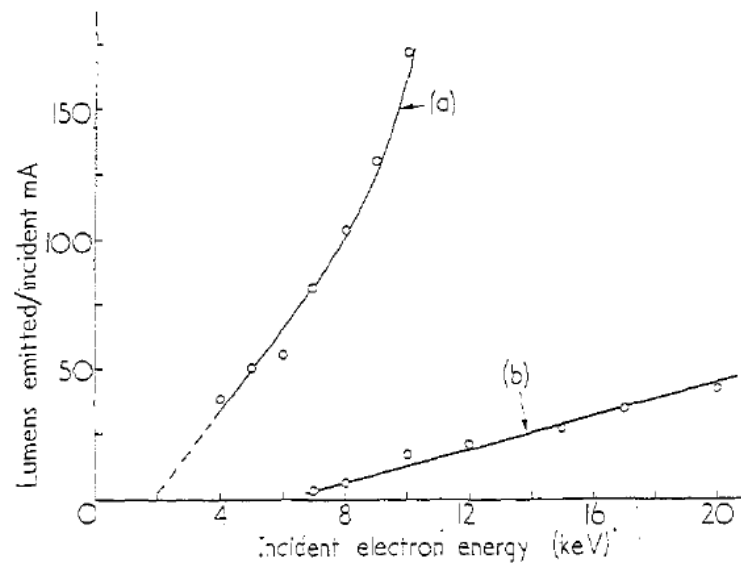
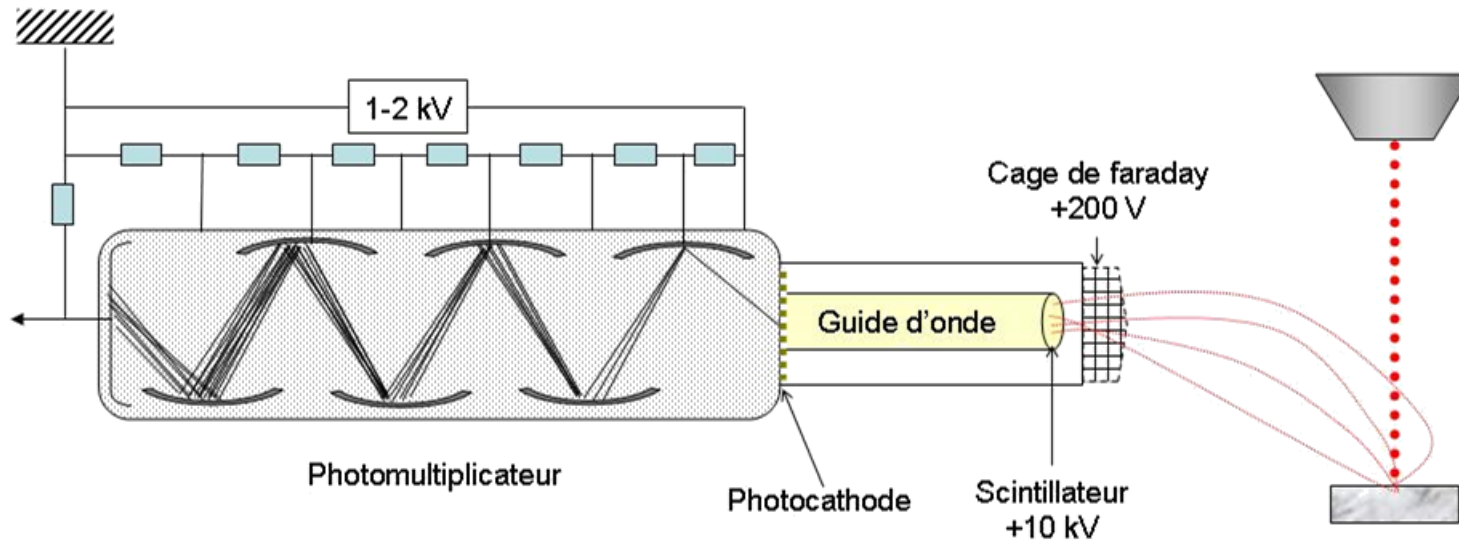


Fig. 2. Scintillator performance  
Curve (a), wet machined, French chalk polished; curve (b), dry machined, polished with metal polish

T.E. Everhart and R.F.M. Thornley (1960) ***A wide-band detector for microampere low-energy electron currents*** Journal of scientific instruments 37(7), 246

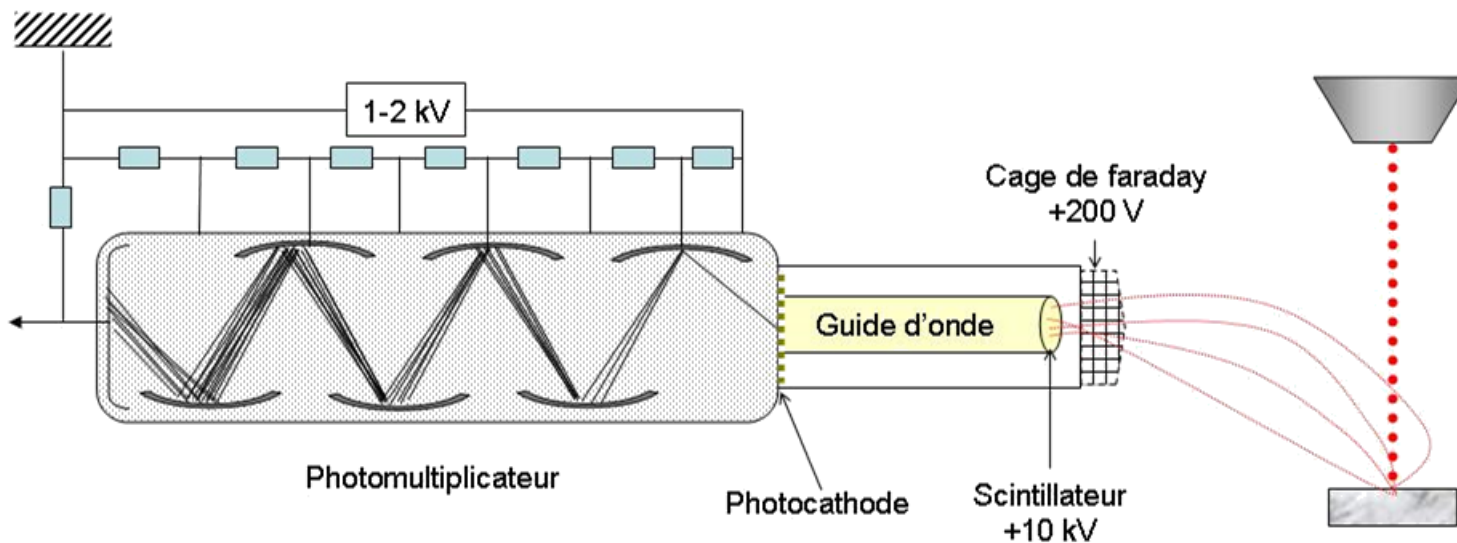
# Détecteur des électrons secondaires



## La grille

- Portée à un potentiel de quelques centaines de volts
- Création d'un champ électrique
  - assure l'attraction des SE
  - Améliore le rendement de détection
- Sur certains détecteurs, remplacée par un tube relié à la masse

# Détecteur des électrons secondaires



## Le scintillateur

- Conversion des électrons captés en photons
- Facteurs de performances:
  - Durée de vie (P47 ~100h / YAG > 10<sup>4</sup>h)
  - Efficacité radiative (%)
  - Temps de décroissance
  - Sensibilité à l'hygroscopie (poudres liées)

Coût : P47 ~ 150€ / cristal ~ 700-1000 €

P47



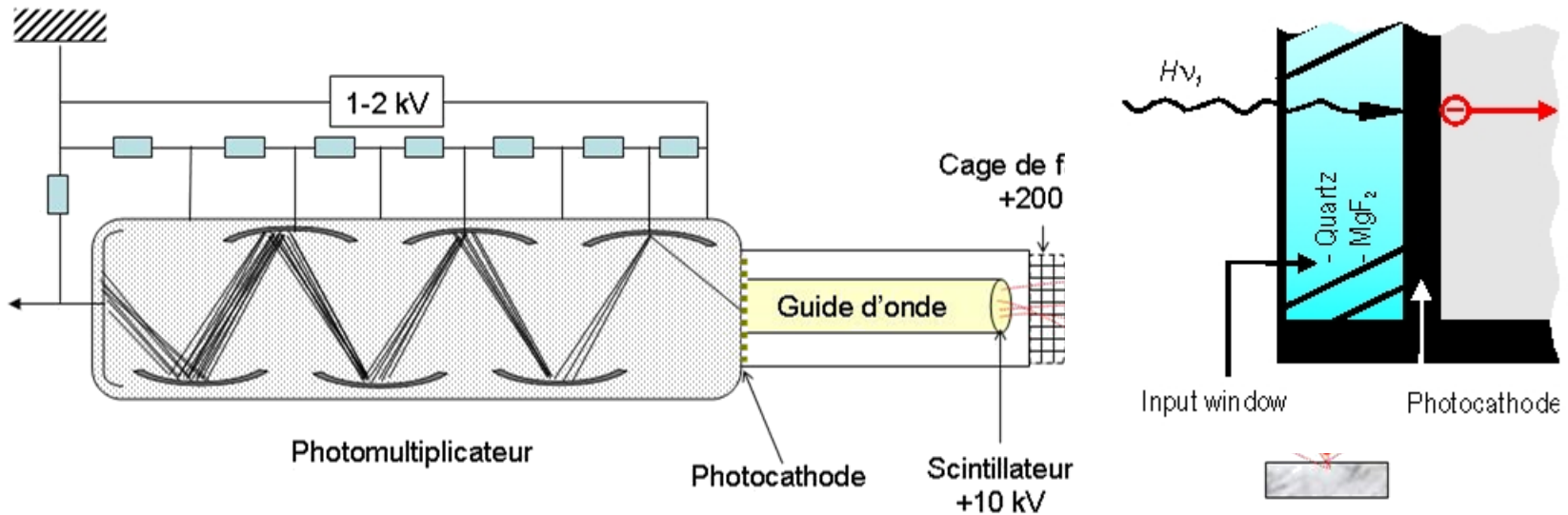
YAP



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

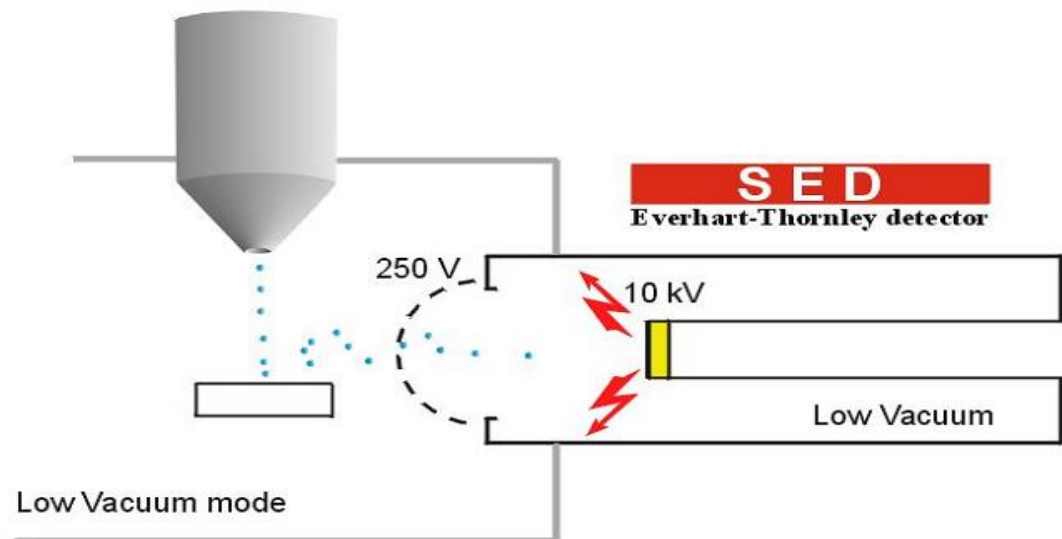
# Détecteur des électrons secondaires



## Le photomultiplicateur

- Photocathode: convertit les photons du scintillateur en électrons
  - Face d'entrée : quartz, verre borosilicaté
  - Face de conversion: CsTe, GaAsP, GaN... Adaptée au PM
- Photomultiplicateur: création d'une cascade d'électrons
  - 10 à 14 dynodes sous ultra-vide (forte sensibilité aux pollutions)
  - 1 e<sup>-</sup> entrée de dynode → 4-6 e<sup>-</sup> sortie de dynode ► gain 10<sup>6</sup>-10<sup>11</sup>
  - Sensibilité à la température et aux champs magnétiques (bruit)
- Rendement faible de la chaîne de mesure → adéquation entre les constituants

# Détecteur d'imagerie SE en environnement gazeux



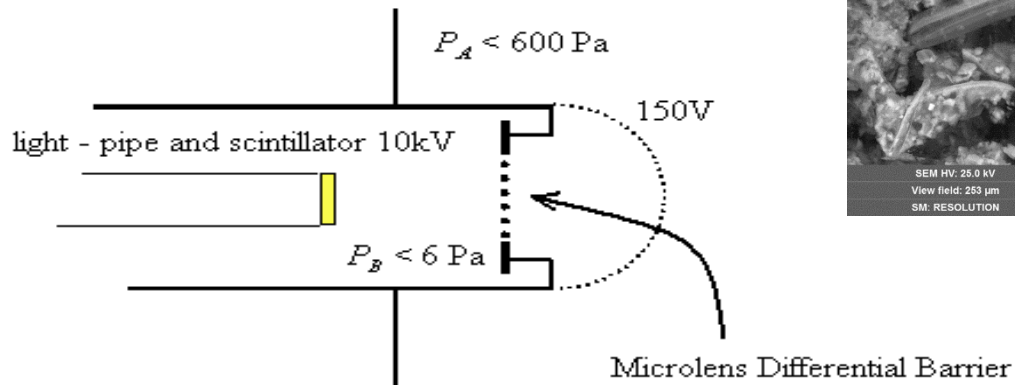
## Environnement gazeux

(Doc. Tescan)

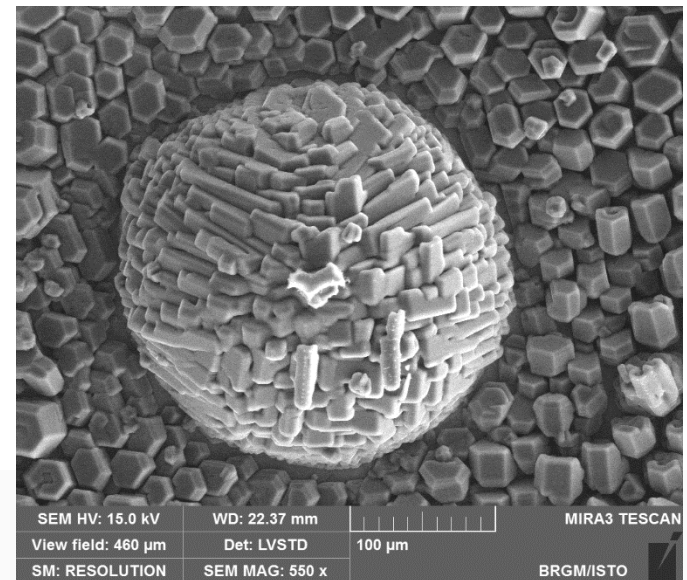
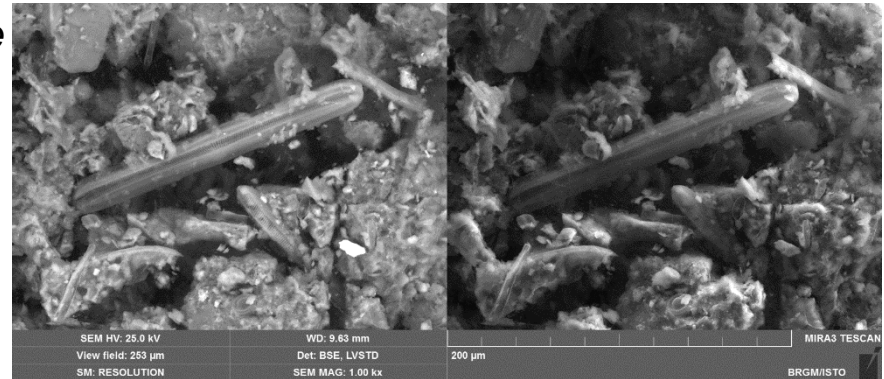
- La présence du gaz peut entraîner l'émission d'un arc électrique entre le scintillateur polarisé à 10kV et les pièces à la masse dans la chambre
  - ⇒ le détecteur E-T ne peut pas fonctionner dans ces conditions
  - ⇒ Nécessité de développer des détecteurs spécifiques

# Détecteur d'imagerie SE en mode VP

Sédiments de rivière



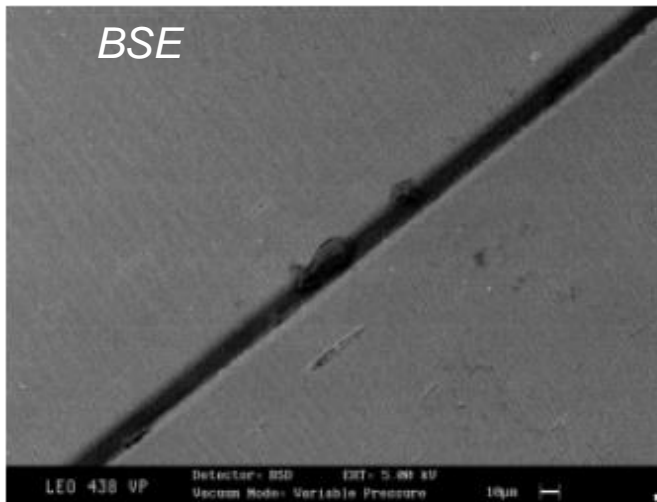
(Doc. Tescan)



## Détecteur LVSTD

- Dérivé d'un détecteur de type E-T
- Le scintillateur est placé sous vide secondaire
- Une grille spécifiquement conçue sert de barrière de vide différentiel

# Détecteur d'imagerie SE en mode VP

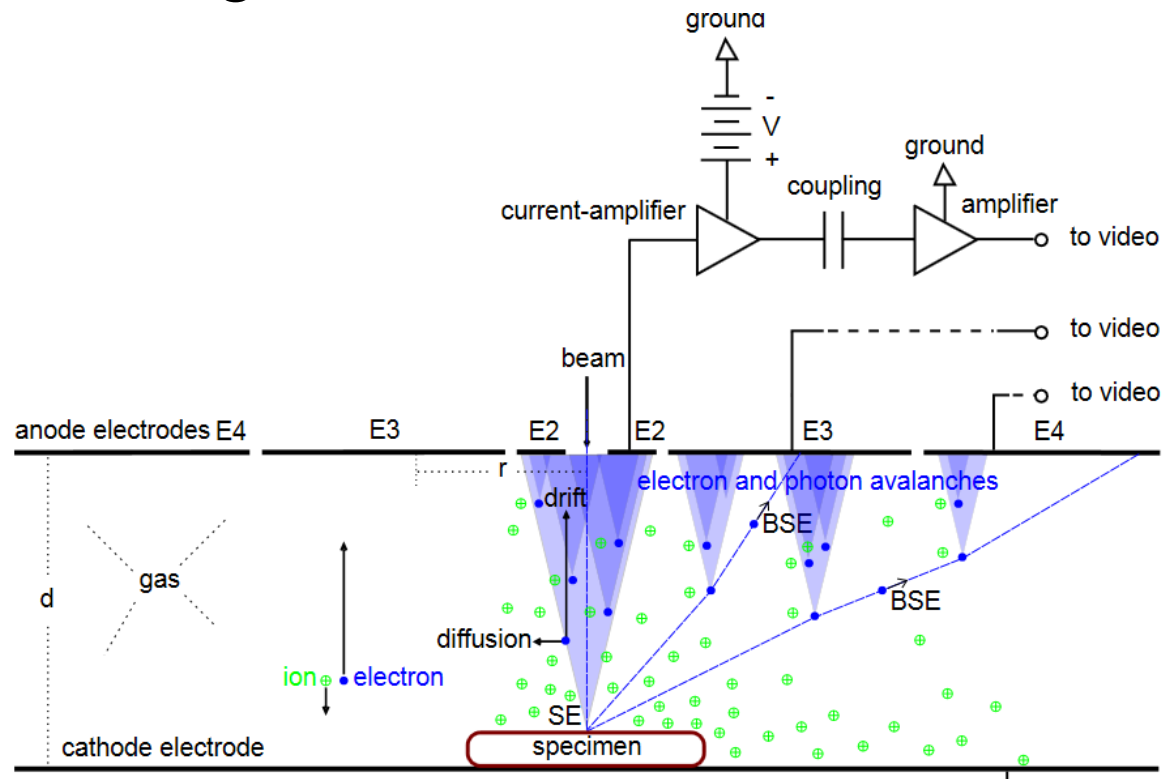


Détecteur VPSE

(Doc. F. Brisset - ICMMO)

- Des électrons secondaires sont générés par l'interaction électrons-matière
- L'interaction des SE générés avec les atomes de gaz dans la chambre (mode VP) entraîne l'émission de photons
- Les photons sont collectés par un guide de lumière adapté

# Détecteur d'imagerie SE en mode environnemental

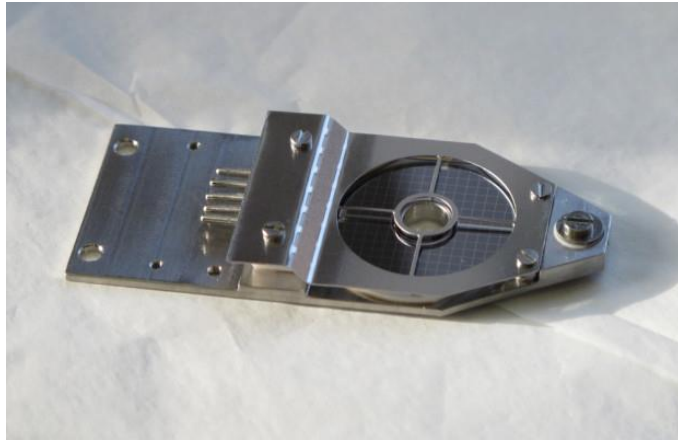


## Détecteur GDD

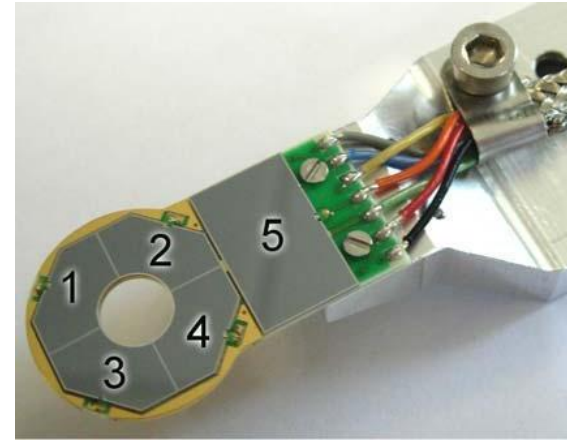
- Des cascades d'électrons et des photons sont générés par l'interaction électrons-gaz
- Des électrodes polarisées sont placées au-dessus de l'échantillon et collectent les photons et électrons

# Détection des électrons rétrodiffusés

# Détecteur BSE à cadrans semi-conducteurs



*Détecteur 4 cadrans  
(doc Deben)*



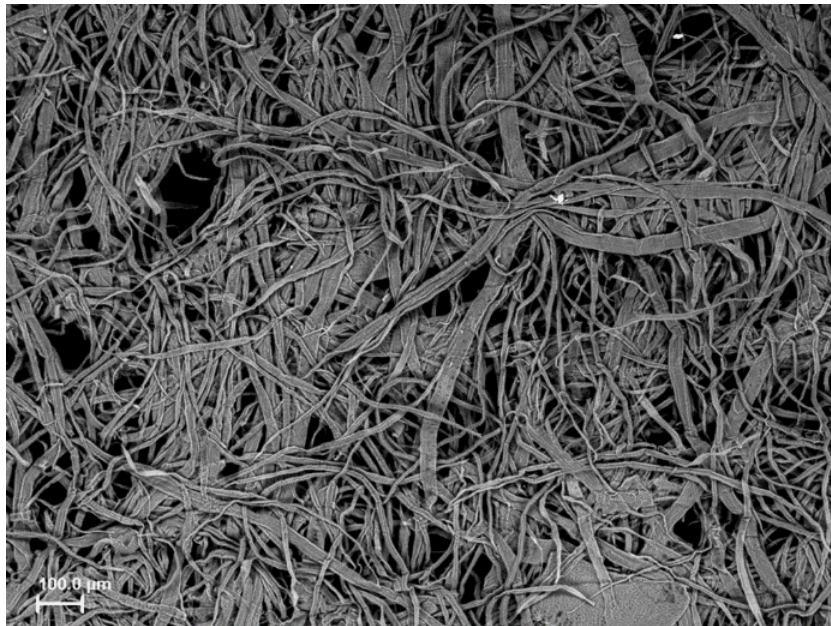
*Détecteur 5 cadrans*

Le signal collecté traduit à la fois l'énergie et la quantité d'électrons incidents:

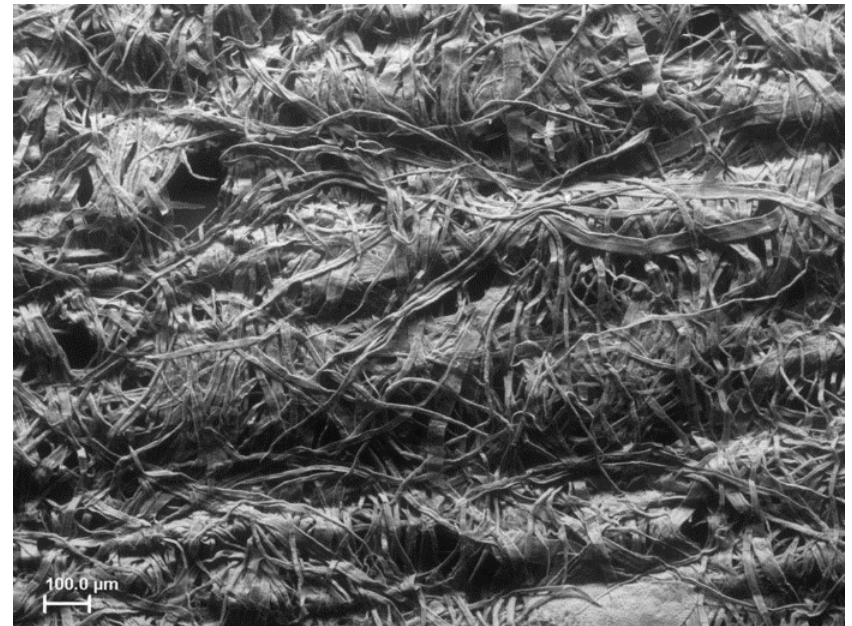
- + Contraste chimique important
- + Contraste topo/compo par variation de la polarisation des cadrans
- Couche de métallisation (20-30nm Au, Al) + couche "morte" en surface du SC → faible absorption des électrons incidents
- Bande passante du pré-amplificateur → limitation en balayage

# Détecteur BSE à cadrans semi-conducteurs

*Détecteur 4 cadrans*  
→ *contraste de composition*



*Détecteur 5 cadrans*  
→ *contribution topographique accrue*



*(Doc. F. Brisset - ICMMO)*

# Détecteur BSE à scintillateur



*Détecteur Centaurus*

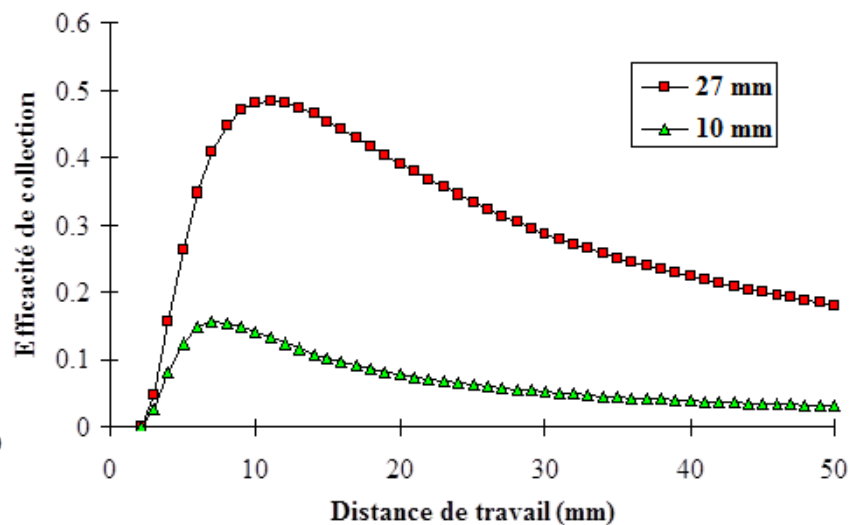
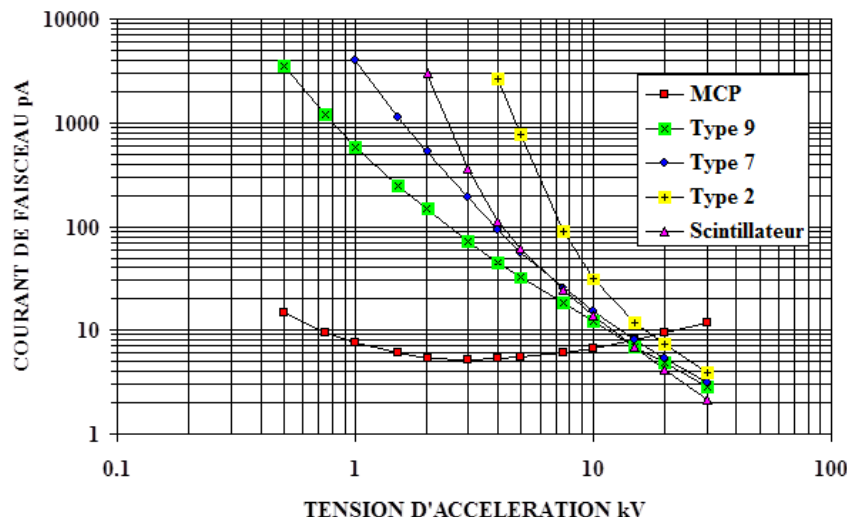


*Détecteur Atrata*

Les détecteurs Robinson (US Patent US4217495) et Centaurus utilisent des scintillateurs en plastique aluminisé, de forme conique ou plate

Les détecteurs type Atrata utilisent des scintillateurs monocristaux YAG / YAP dopés.

# Détecteur BSE: scintillateur ou semi-conducteurs ?



*Sensibilité de détecteurs rétrodiffusés*  
Type 2: détecteur semi-conducteur standard,  
Types 7 et 9: obtenus par implantation  
ionique avec (7) et sans (9) métallisation

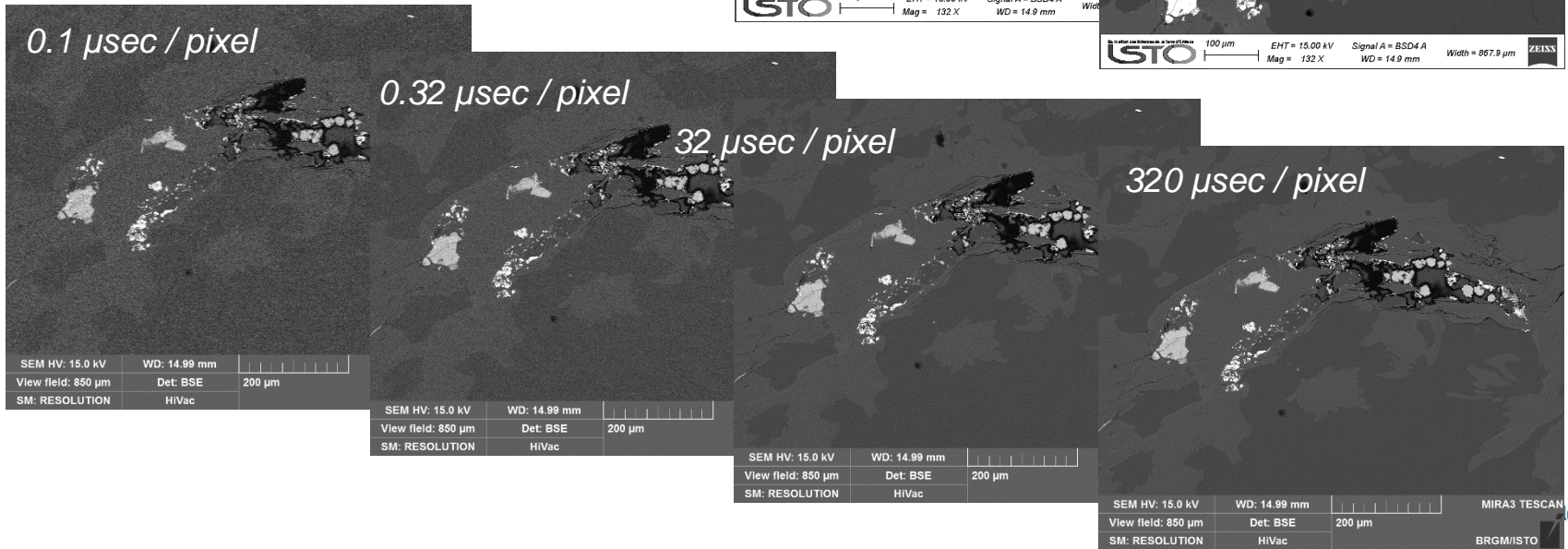
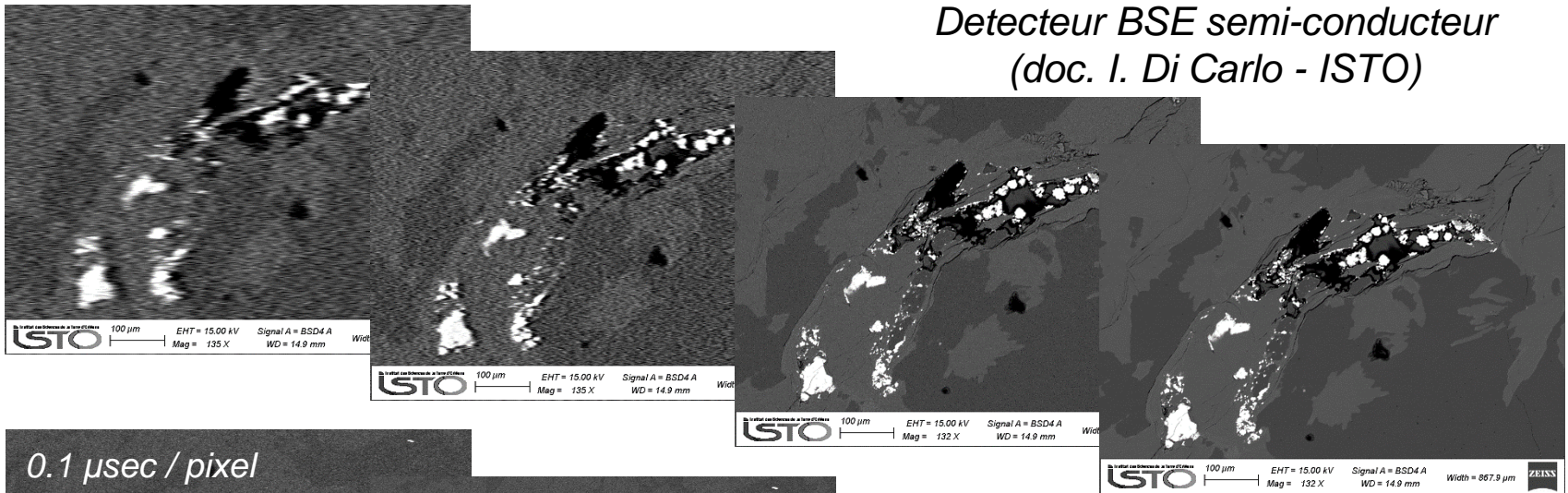
*Efficacité de détecteurs annulaires en  
fonction de la distance de travail et de leur  
diamètre externe*

En supprimant la couche de métallisation, il est possible de travailler à basse tension avec un détecteur à semi-conducteur.

La distance de travail optimale du détecteur est proche du diamètre externe du détecteur annulaire.

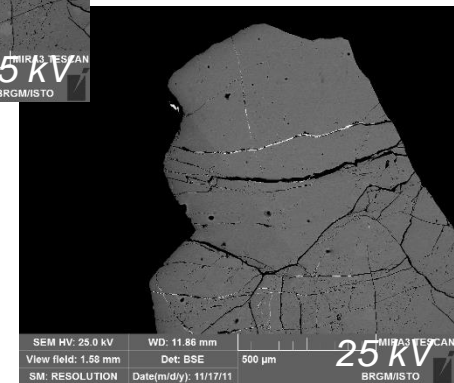
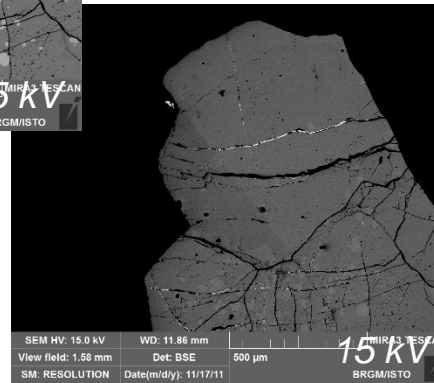
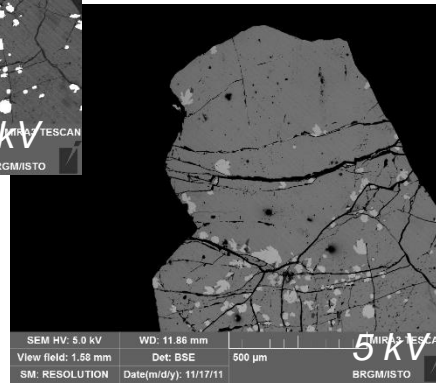
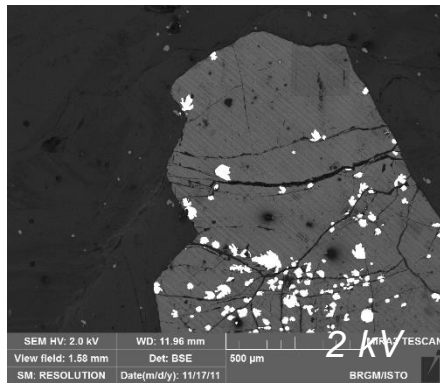
# Détecteur BSE: balayage TV

*Detecteur BSE semi-conducteur  
(doc. I. Di Carlo - ISTO)*



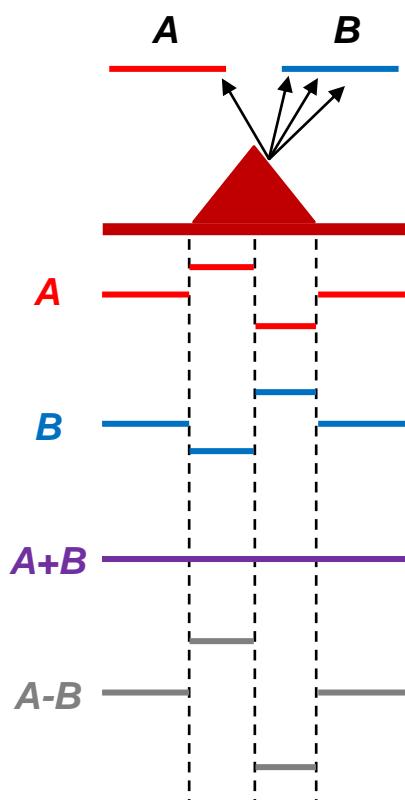
*Detecteur BSE scintillateur*

# Détecteur BSE à scintillateur

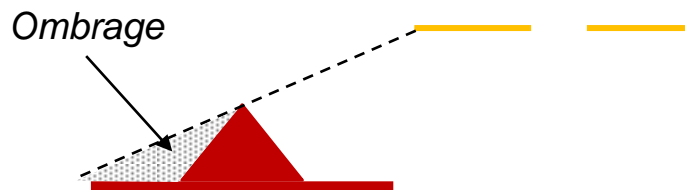
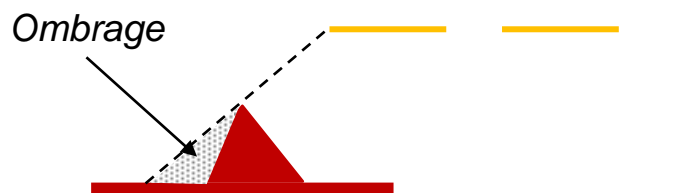
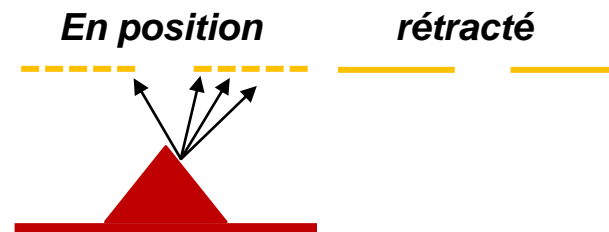


*Cassitérite SnO<sub>2</sub> à différentes HV  
(Détecteur YAG dopé Ce)*

# Détecteur BSE: mode compo / topo



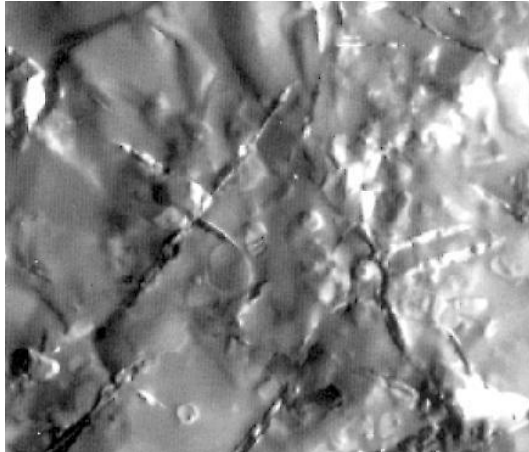
*Detecteur BSE semi-conducteur*  
*L'addition des cadrans annule l'effet topo*  
*La soustraction des cadrans accroît l'effet topo*



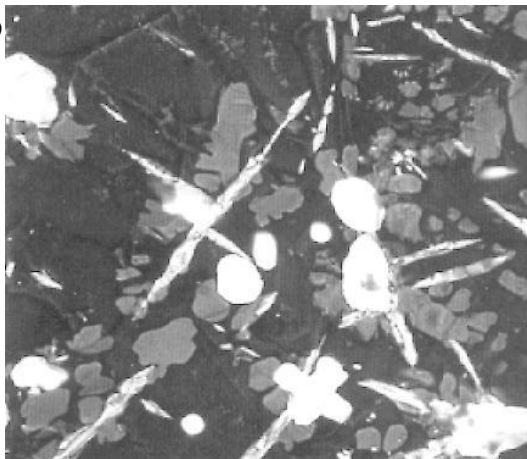
*Detecteur BSE scintillateur*  
*Le décalage du scintillateur provoque un effet d'ombrage orienté*

# Détecteur BSE: mode compo / topo

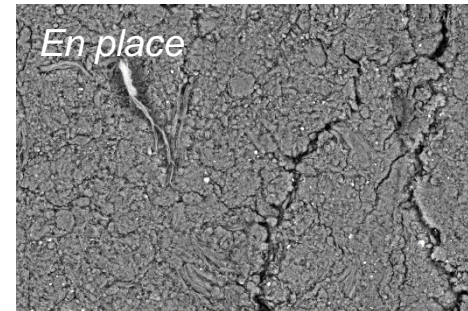
**Topo**  
**A-B**



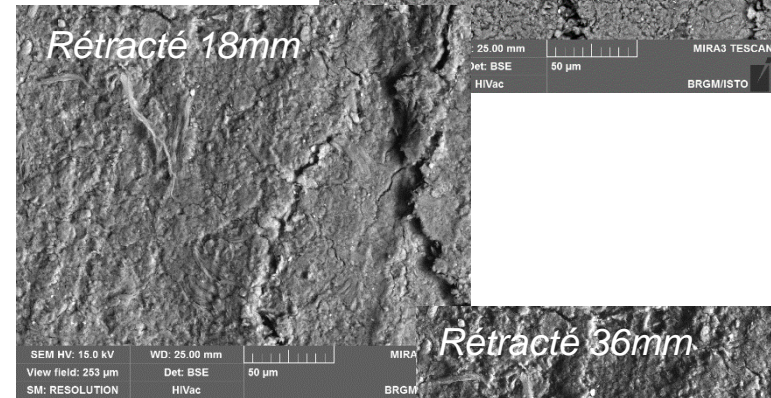
**Compo**  
**A+B**



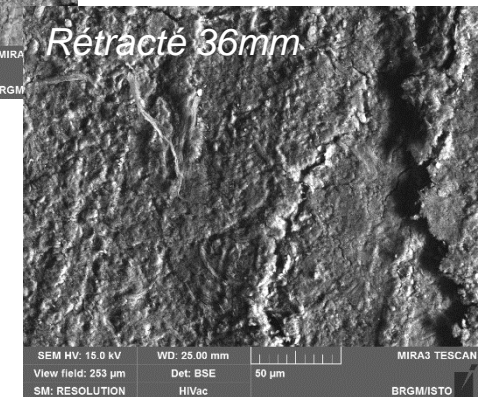
*Surface d'une fracture de céramique*  
*Détecteur BSE semi-conducteur*  
*(doc. J. Ruste)*



*En place*



*Rétracté 18mm*



*Rétracté 36mm*

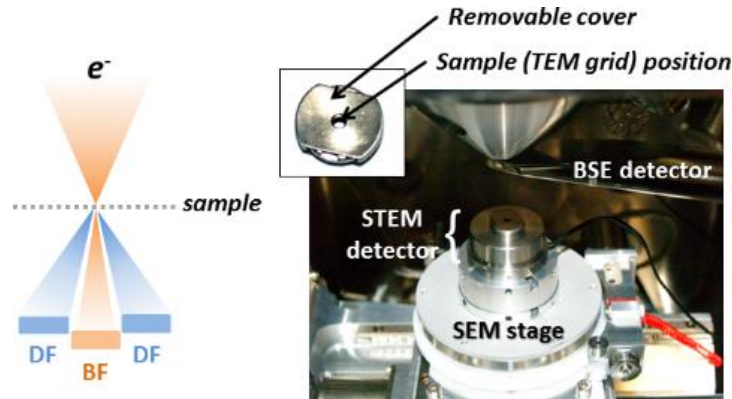
*Surface d'une poudre compactée*  
*Détecteur BSE scintillateur*



Géosciences pour une Terre durable

# Détection des électrons transmis

# Détecteur d'électrons transmis (STEM)



Détecteur DF / BF\*



Détecteur type HAADF  
(doc Deben)

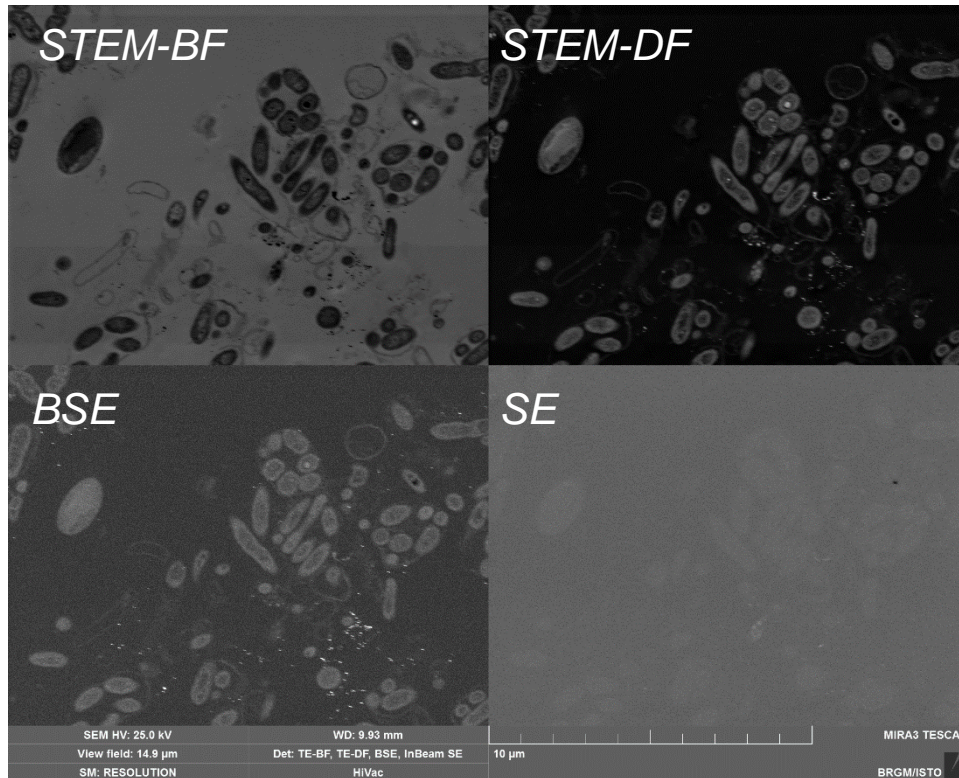
## Quelques abréviations

- BF: bright field = faisceau "direct"
- ABF: annular bright field = faisceau "direct" moins la zone centrale
- DF: dark field = faisceau diffusé / diffracté
- HAADF: high angle annular dark field = dark field à fort angle

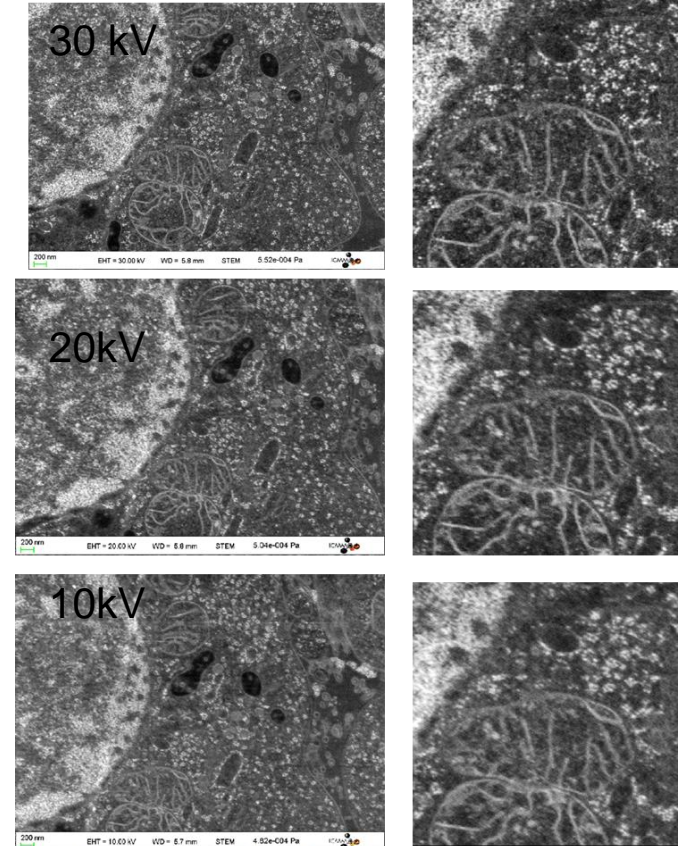
\* G. Wille et al., *Cryo-SEM and STEM-in-SEM for bio- and organo-mineral interface characterization in the environment - Microscopy&Microanalysis (à paraître)*

# Détecteur d'électrons transmis (STEM)

A



B

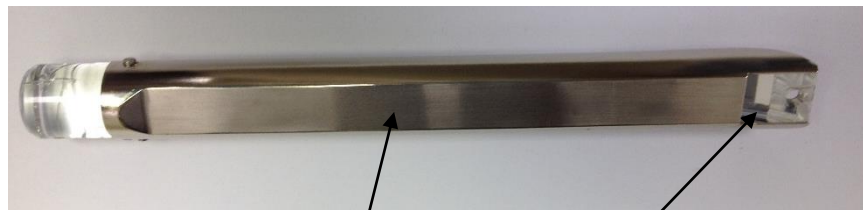


A/ Biofilm (coupe microtome 80nm) - Comparaison des détecteurs dans le MEB\*  
B/ Comparaison imagerie STEM (MEB) en fonction de la HV (Doc. F. Brisset)

\* G. Wille et al., *Cryo-SEM and STEM-in-SEM for bio- and organo-mineral interface characterization in the environment - Microscopy&Microanalysis (à paraître)*

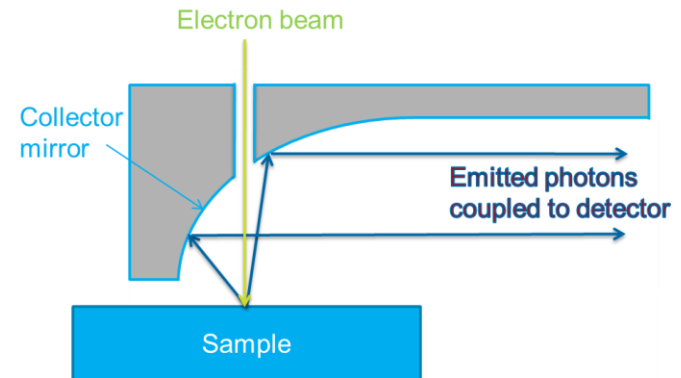
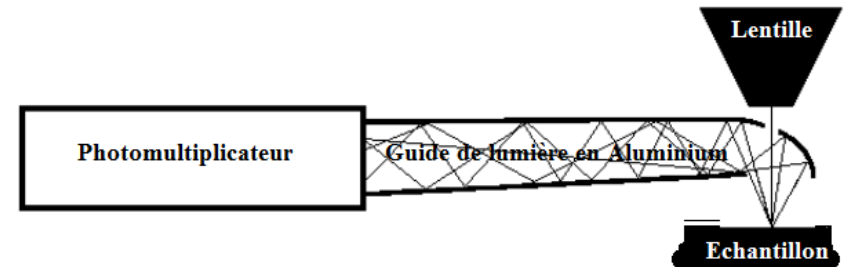
# Détection des photons

# Cathodoluminescence - imagerie panchromatique



Guide de lumière

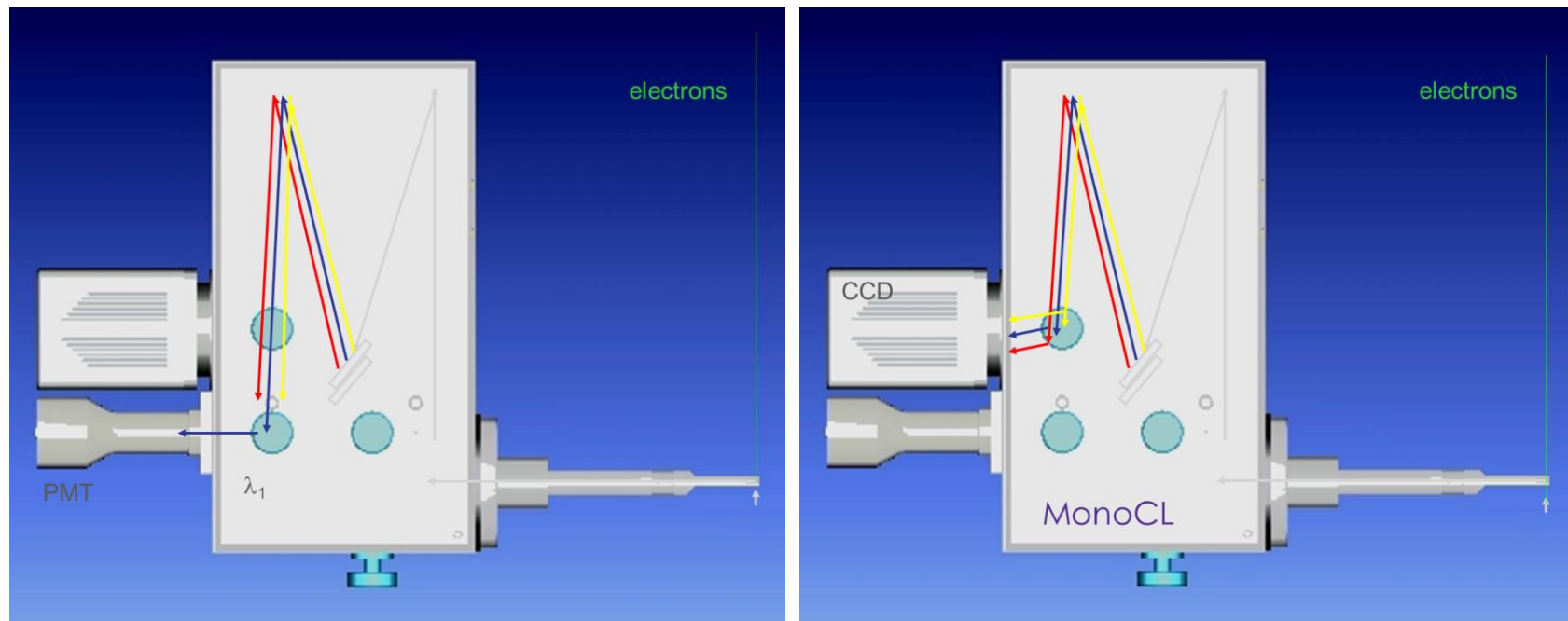
Miroir



## Imagerie panchromatique

- Collection des photons par un miroir
- Transfert des photons détectés vers le photomultiplicateur
- Détection du signal
- Formation de l'image en intensité pour la plage de longueur d'onde du détecteur

# Cathodoluminescence - imagerie spectrale

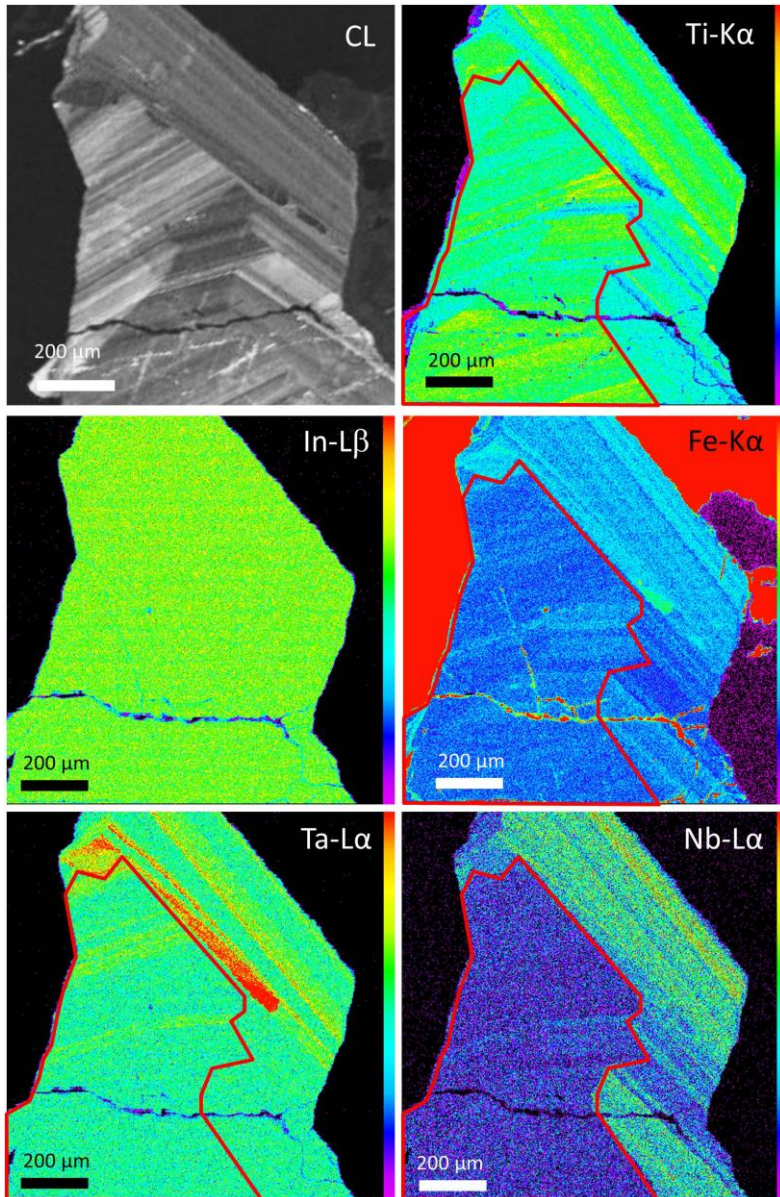


## Analyse et imagerie spectrale

*Détecteur CL spectrale  
(doc Gatan)*

- Collection des photons par un miroir
- Transfert des photons détectés vers un monochromateur ou un prisme
- Sélection de la longueur d'onde d'intérêt
- Détection du signal monochromatisé
- Formation de l'image en intensité pour la longueur d'onde sélectionnée

# Cathodoluminescence - imagerie panchromatique



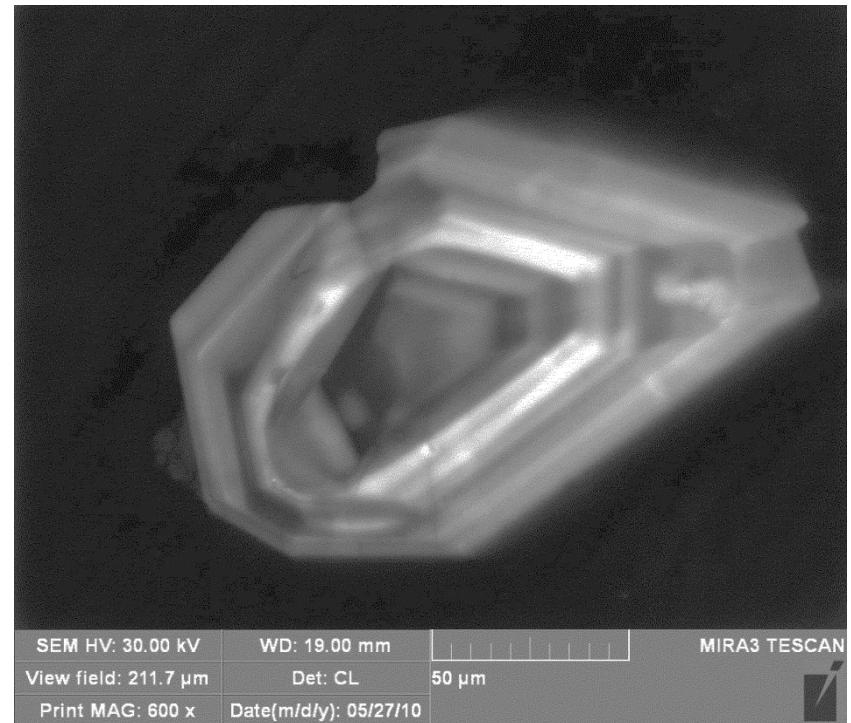
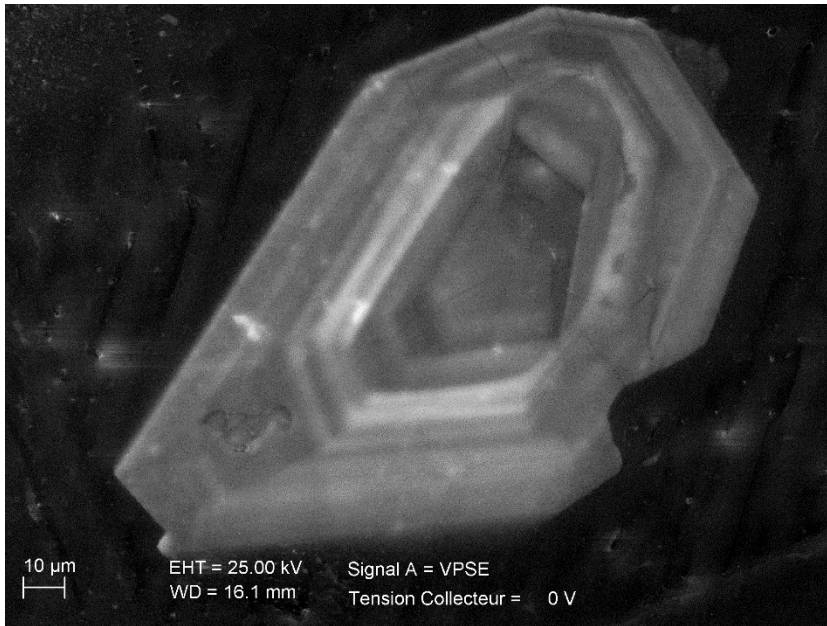
*Zonations dans une Cassitérite ( $\text{SnO}_2$ )\*  
(Montbelleux, Bretagne)*

*Imagerie CL panchromatique  
Cartographies des éléments-traces par  
microsonde électronique*

- *Teneur en éléments trace est très faible (centaines de ppm au plus)*
- *Imagerie BSE insuffisante pour visualiser les zonations*
- *CL panchromatique: visualisation des zonations MAIS influence d'autres paramètres (cristallographie)*
- *L'imagerie CL couplée à la cartographie élémentaire permet de comprendre les zonations dans l'échantillon*

*\* C. Lerouge et al., Distribution of In and other rare metals in cassiterite and associated minerals in Sn ±W ore deposits of the western Variscan Belt, Eur. J. Mineral.(2017), 29, 739–753*

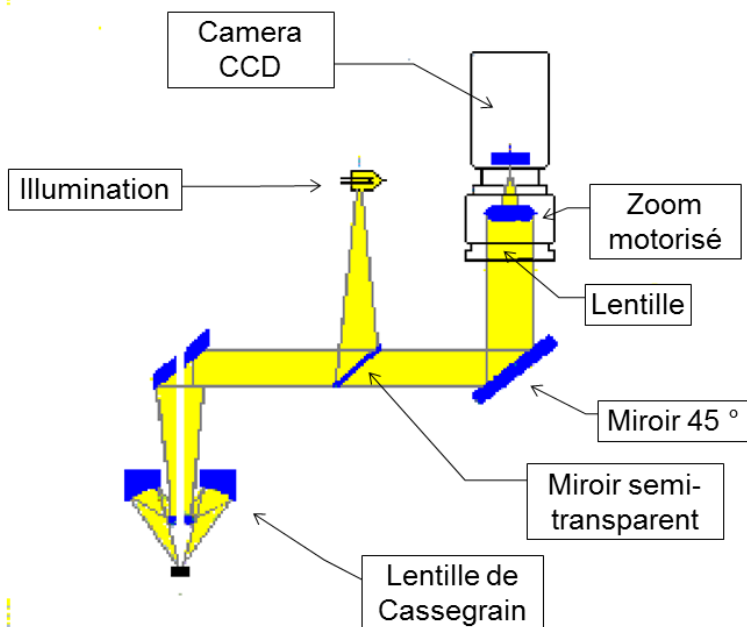
# Détecteur d'imagerie SE en mode VP - imagerie CL



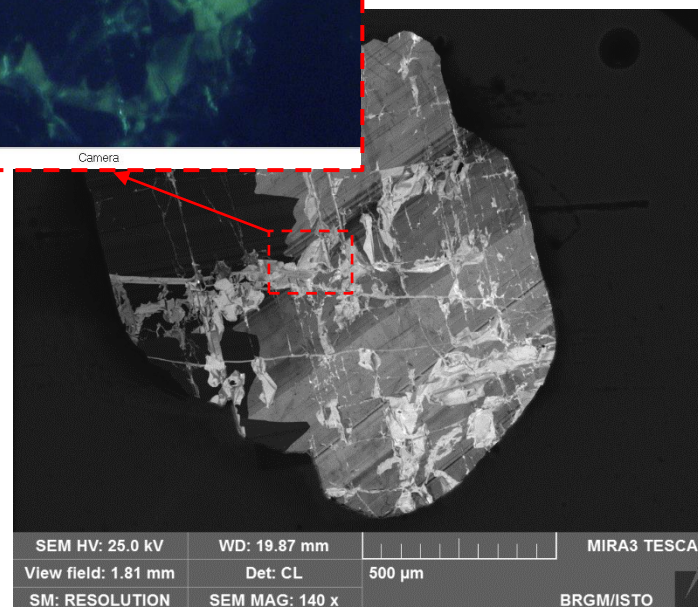
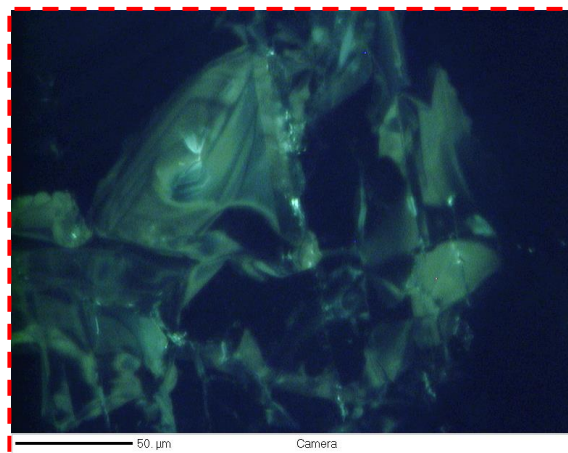
## Détecteur VPSE

- Indirectement, ce détecteur permet la détection de la cathodoluminescence en mode high vacuum

# Cathodoluminescence - optique de Cassegrain



*Optique de Cassegrain  
(d'après doc. Cameca)*

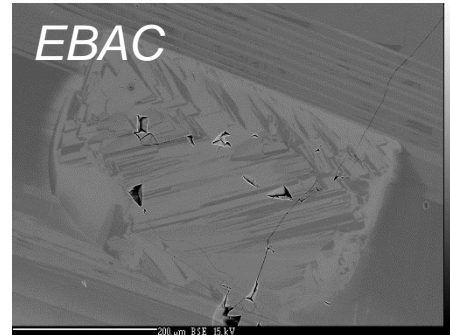
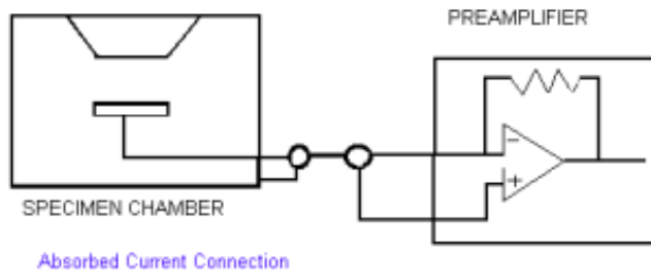


## Microsonde - optique de Cassegrain

- Le système optique de la microsonde électronique peut être détourné de son usage pour collecter une imagerie CL dans le domaine visible
- Les paramètres de courant et de balayage doivent être adaptés à la collection d'images de l'optique de cassegrain

# Détection des courants d'échantillon

# Imagerie en courant absorbé EBAC

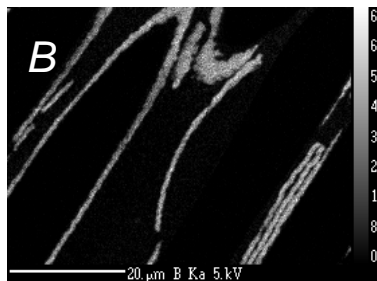
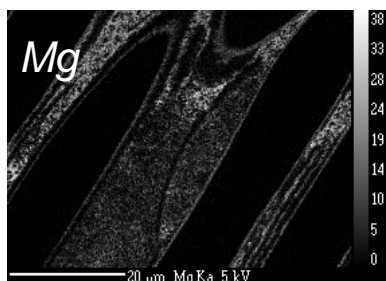
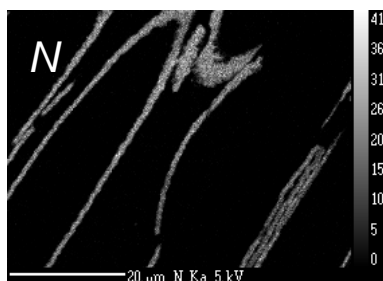
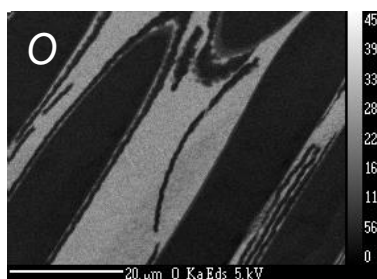
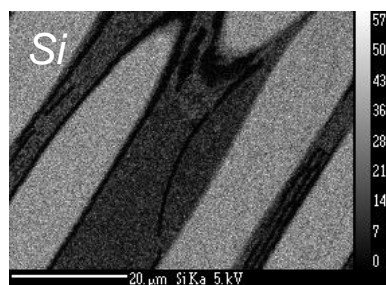
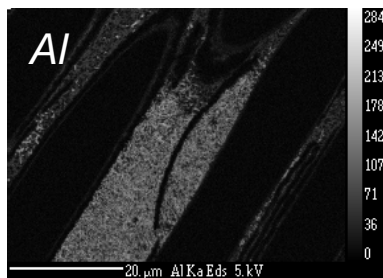
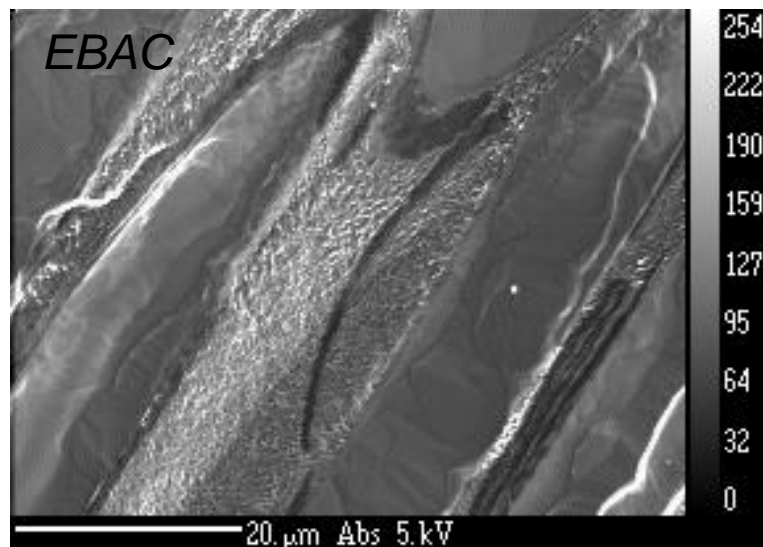
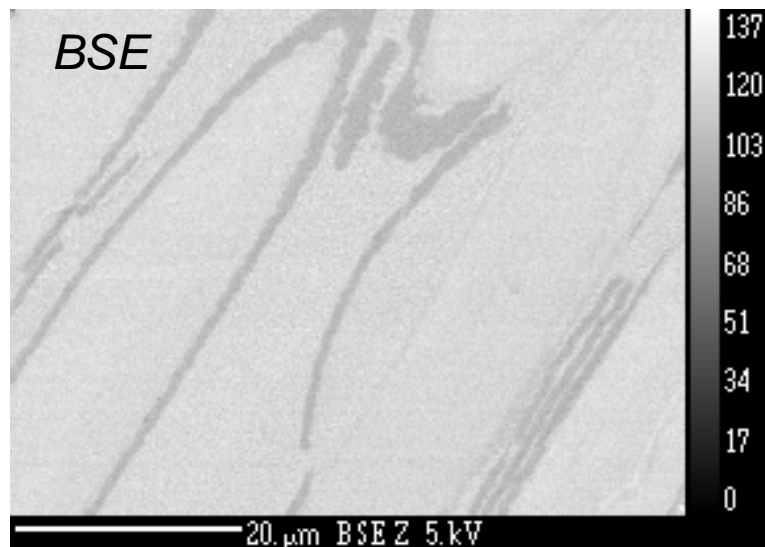


*Zonations dans un grain de Rhodizite*  
 $(K,Cs,Rb)Al_4Be_4(B,Be)_{12}O_{28}$   
(G. Wille, D. Bruyere)

## Imagerie en courant absorbé

- Échantillon connecté à un amplificateur de courant
- Formation d'une image à partir de l'intensité du courant mesuré
- Faible bande passante (de l'ordre de 200Hz) → balayage lent uniquement
- Contraste en général inversés par rapport au BSE
- Permet d'obtenir des contrastes élevés et une résolution meilleure qu'en BSE → adapté à la basse tension si le BSE n'est pas performant
- Contrastes de potentiel dans les matériaux isolants, semi-conducteurs ou supraconducteurs

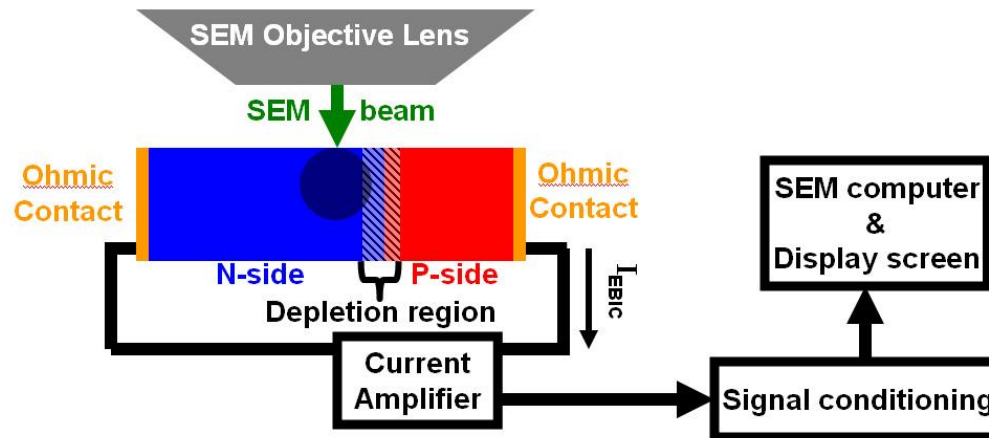
# Imagerie en courant absorbé EBAC



*Composite BN-Cordierite*

*Imagerie BSE et EBAC  
Cartographies EDS et WDS  
(G. Wille / M. Outrequin)*

# Imagerie en courant induit EBIC

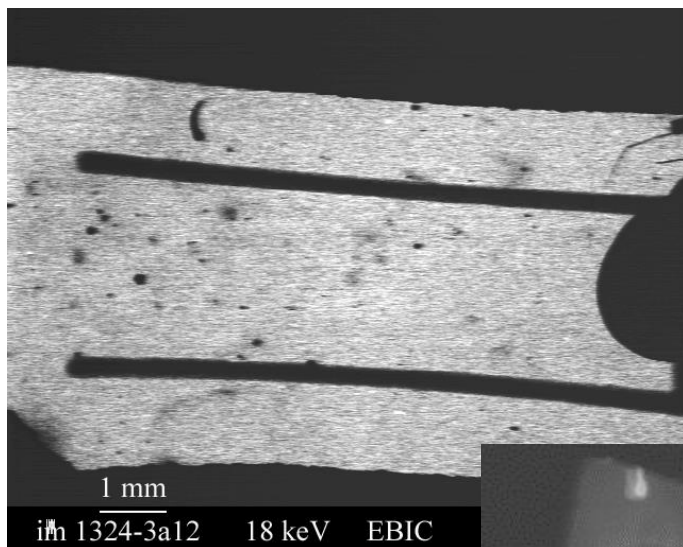


*Principe du système EBIC*

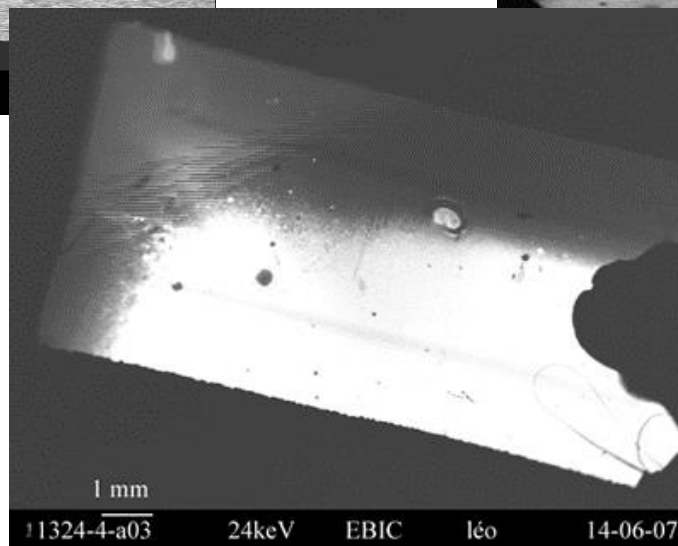
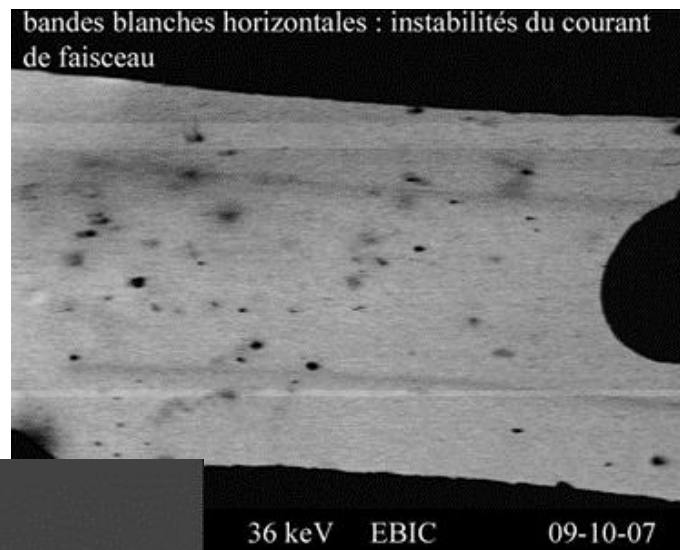
## Imagerie en courant induit

- Méthode utilisée pour caractériser et imager les jonctions P/N dans des semi-conducteurs
- Interactions inélastiques faisceau-échantillon → génération de paires e<sup>-</sup>-trous séparés par un champ électrique interne induit à proximité de la jonction P/N
- Contraste: zone sans défaut = claires / zones de défaut = sombres
- Evaluation qualitative des propriétés électriques et physiques de surface ou proches de la surface avec une résolution similaire à l'imagerie SE
- EBIC quantitative
- Possibilité de polariser l'échantillon semi-conducteur

# Imagerie en courant absorbé EBIC



←  
*Bonnes diodes*  
→

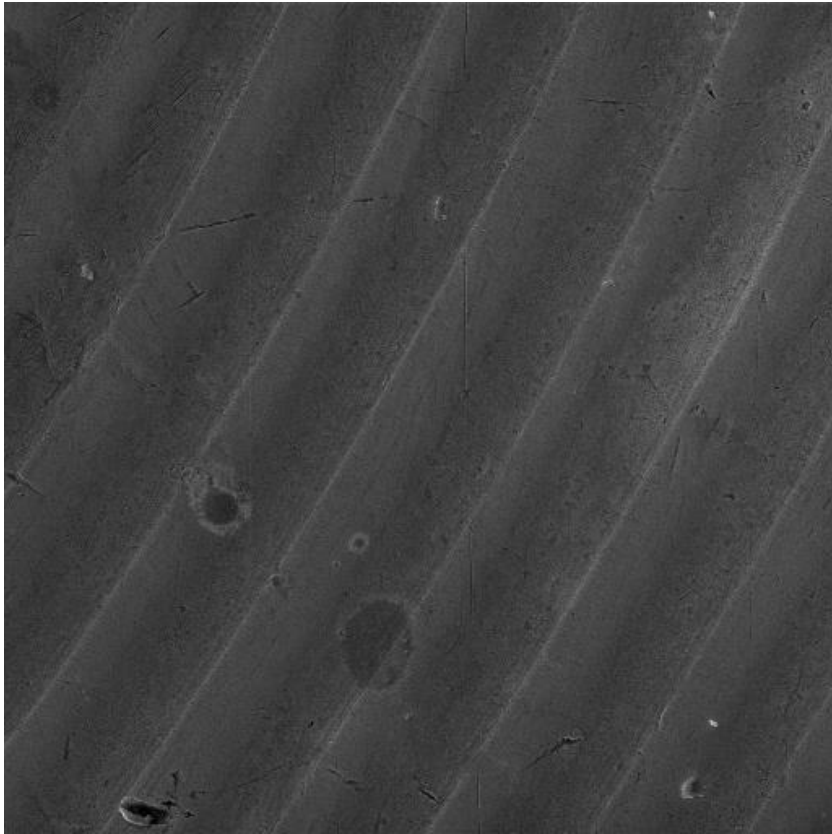


←  
*Mauvaise diode*

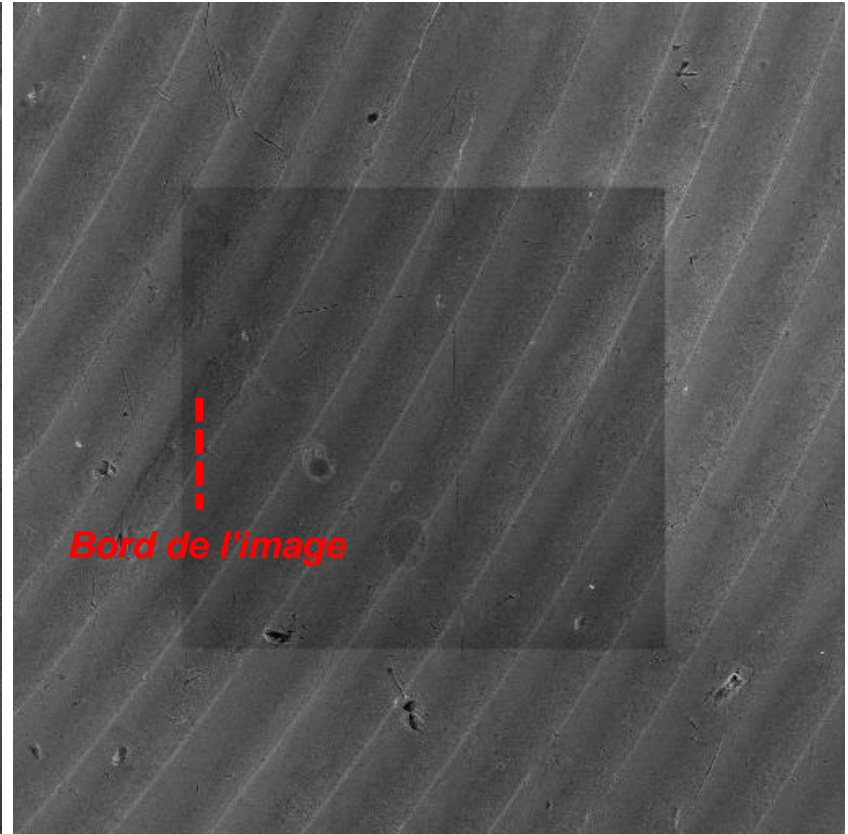
*Photodiode solaire CGIS  $\text{CuIn}(\text{S}, \text{Se})_2$   
IRDEP (CNRS/EDF)  
(doc. B. Sieber - UMET Univ. Lille 1)*

# Optimiser le signal

# Zone balayée par le faisceau

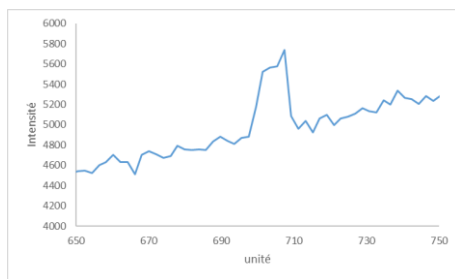


*Image*

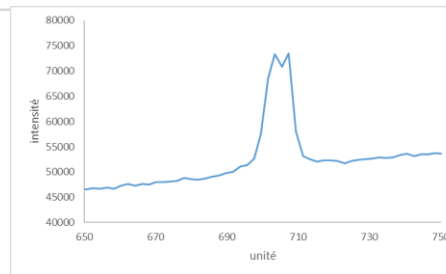
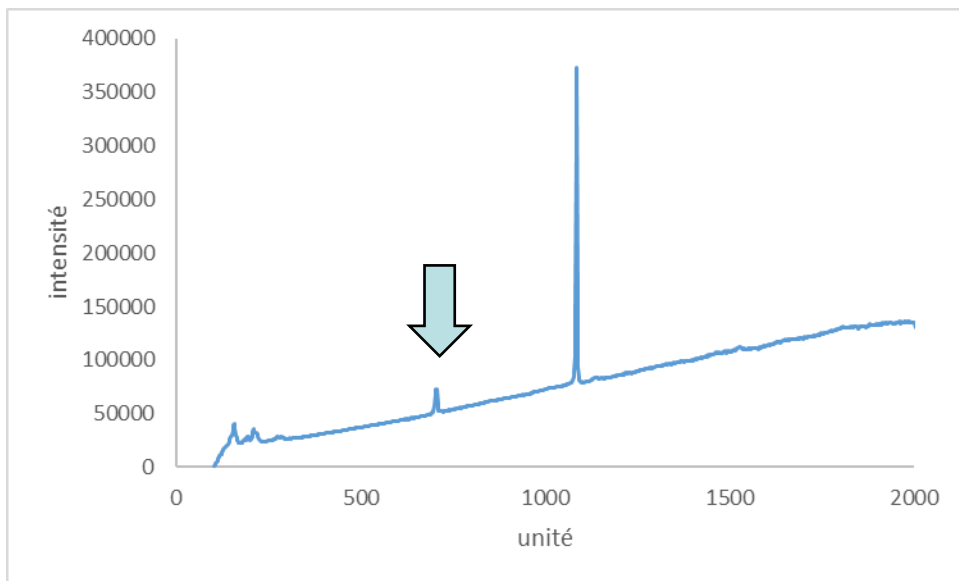
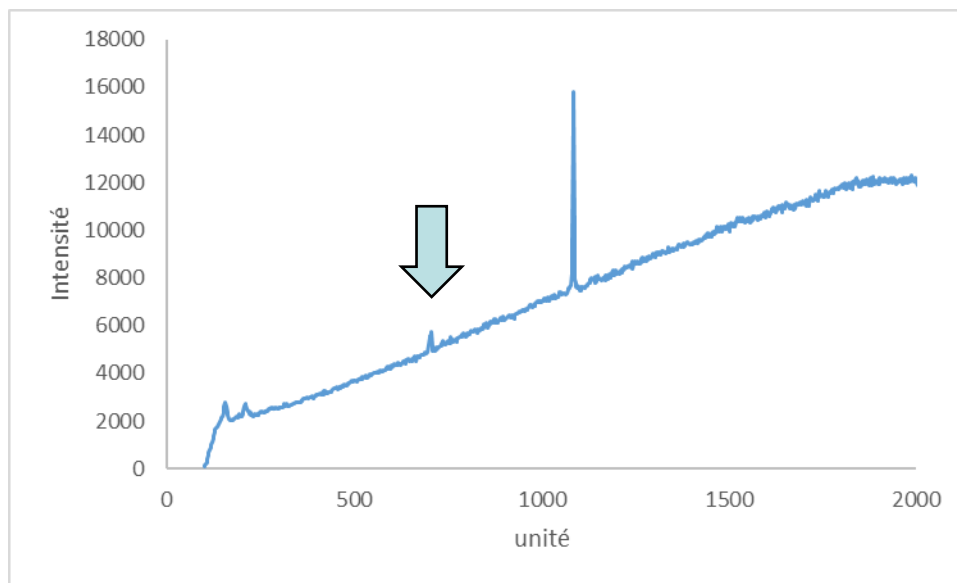


*Tache de contamination  
(zone réellement balayée)*

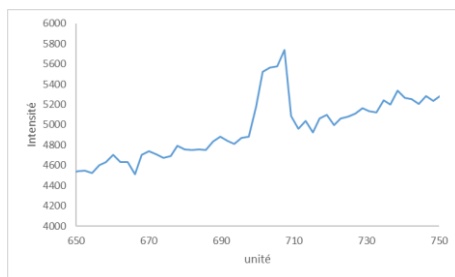
# Le signal - aspects pratiques



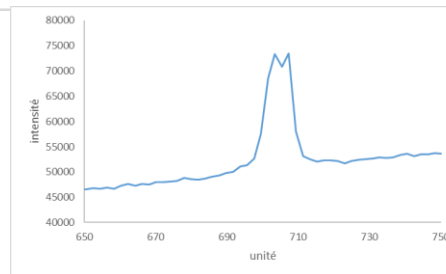
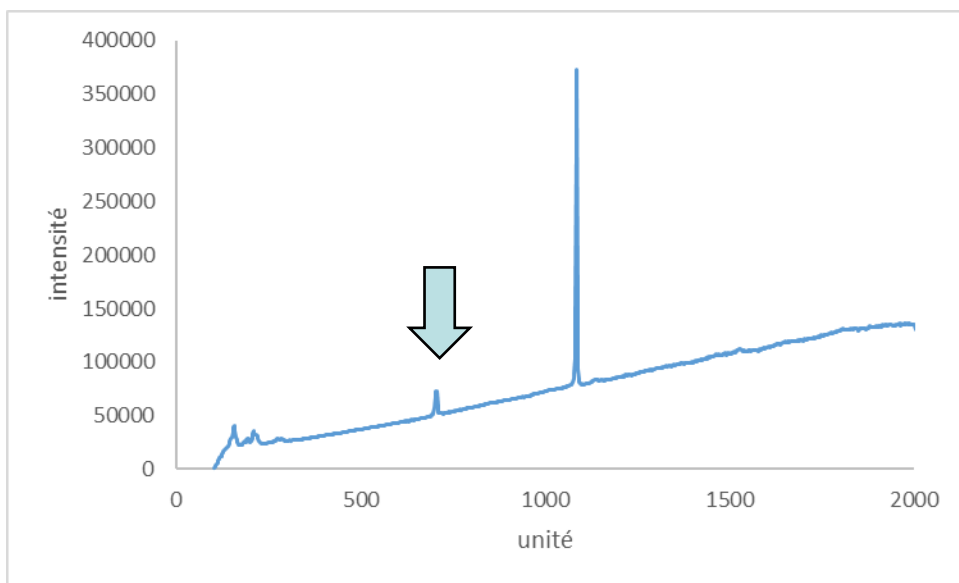
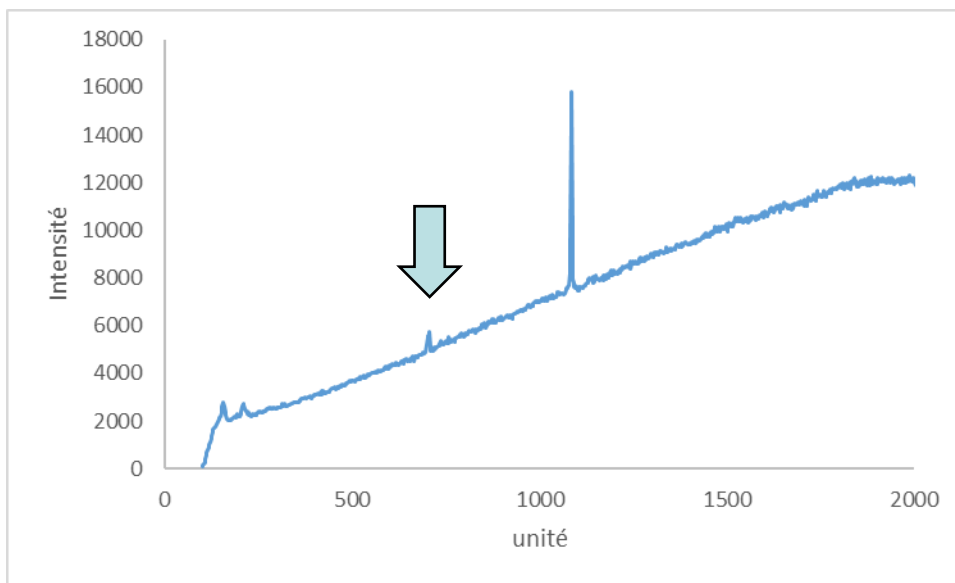
***Un même échantillon  
Des paramètres  
d'acquisition différents***



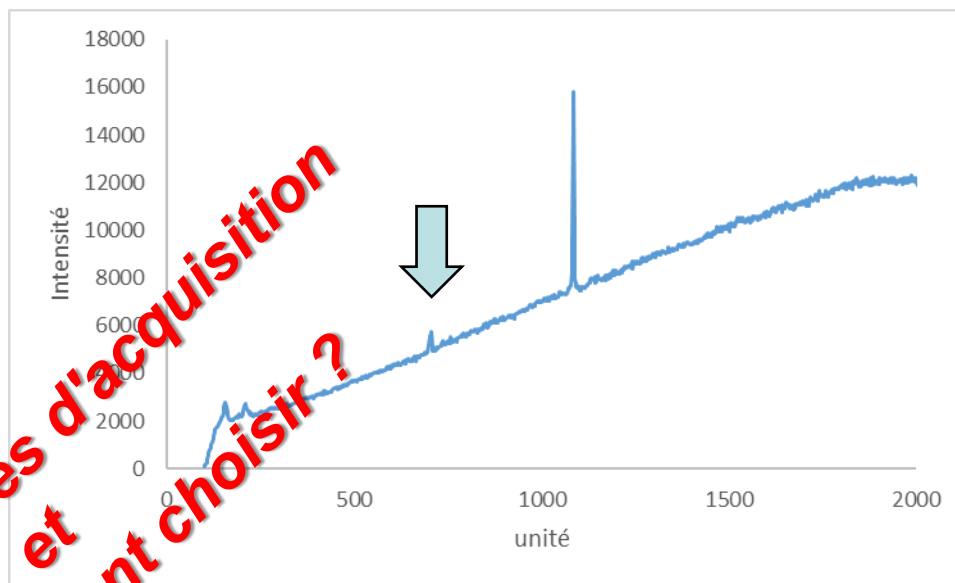
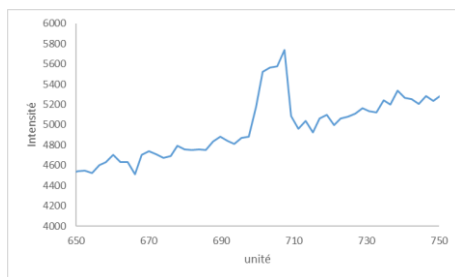
# Le signal - aspects pratiques



***Temps d'intégration  
Accumulation  
Moyennage  
Etc...***

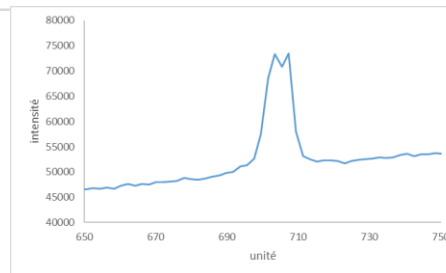


# Le signal - aspects pratiques

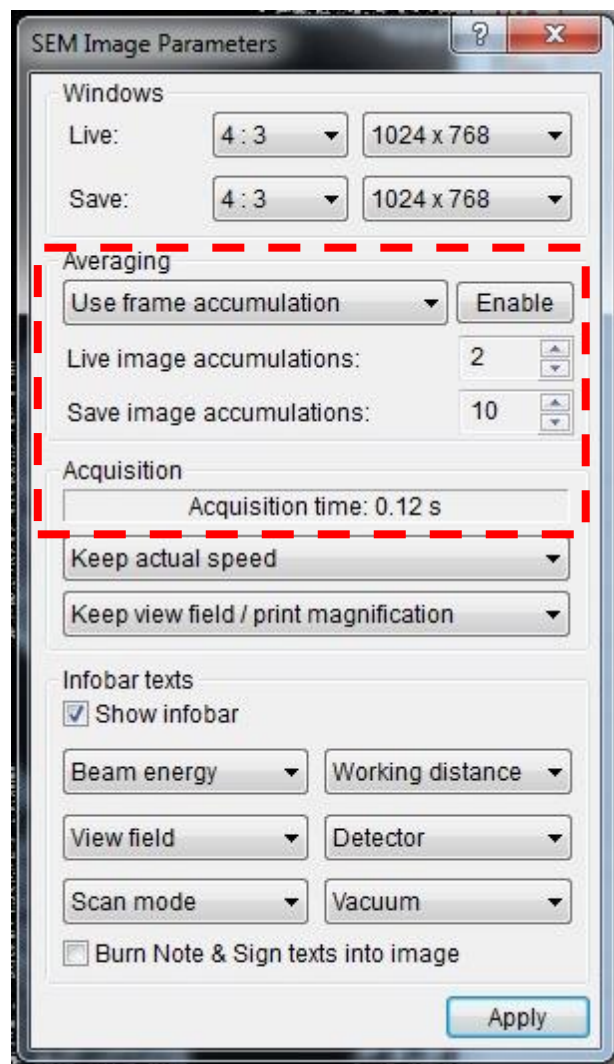
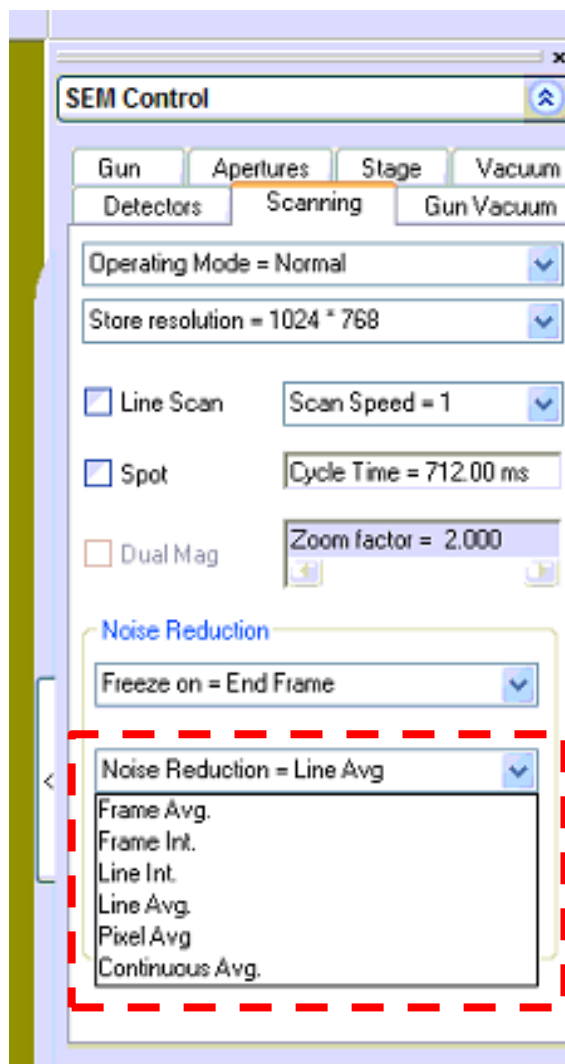


**Intensité mesurée**  
**Précision de mesure**  
**Bruit du détecteur**  
**Perturbations**

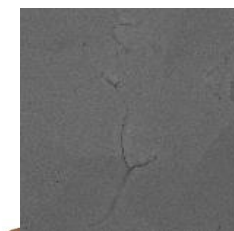
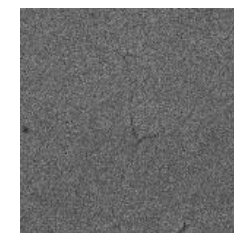
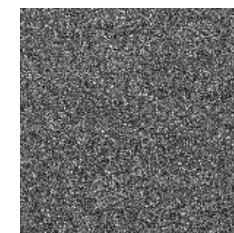
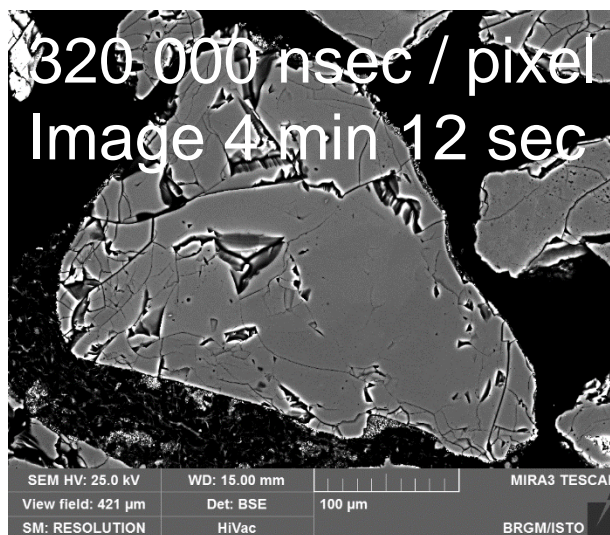
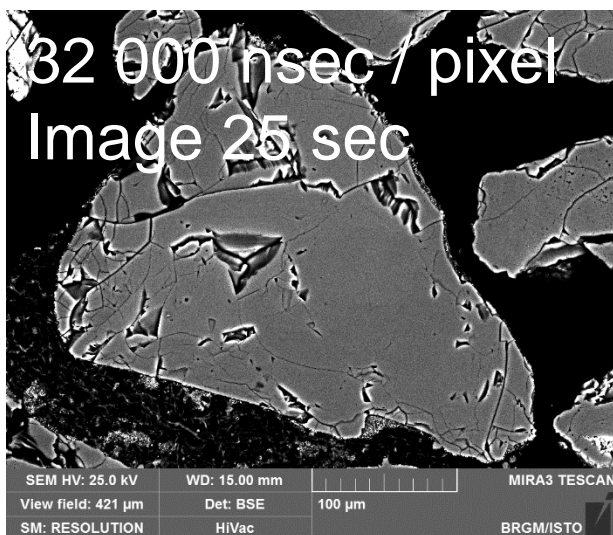
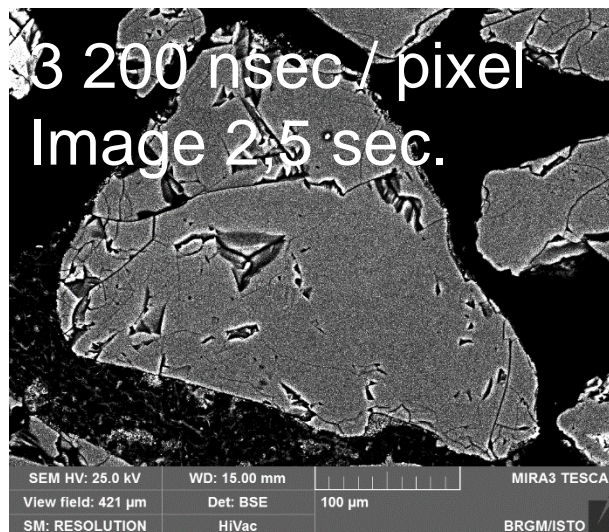
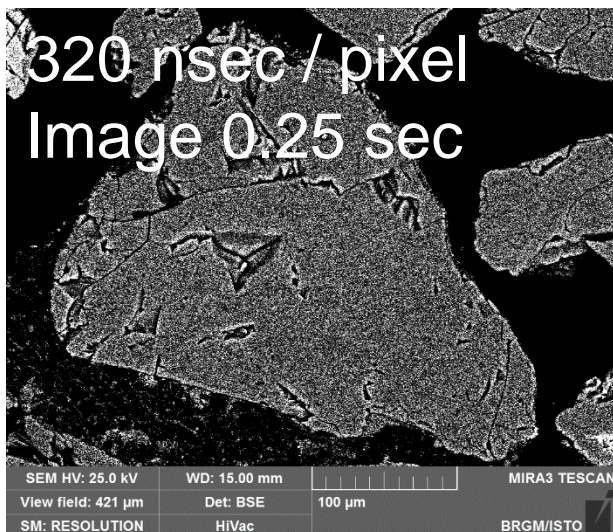
**Quels paramètres d'acquisition et de traitement choisir?**



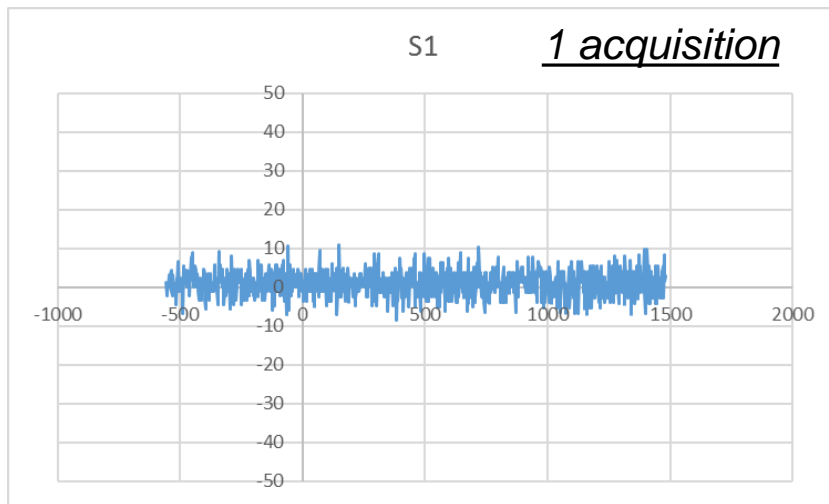
# Paramètres



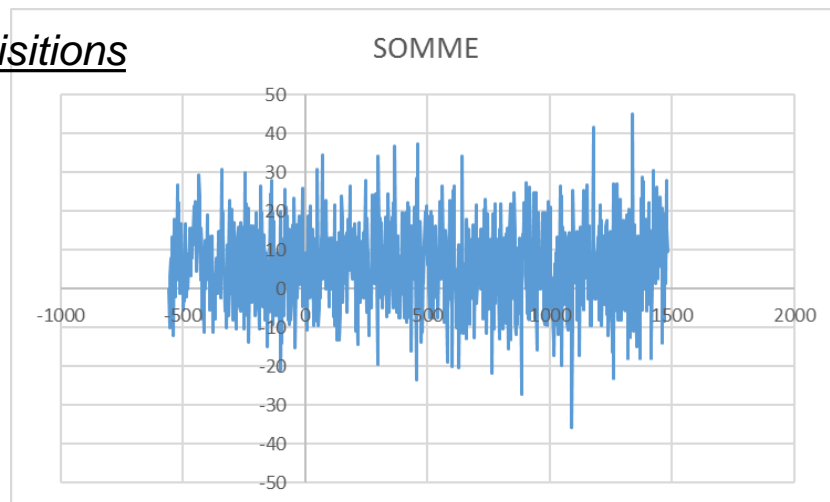
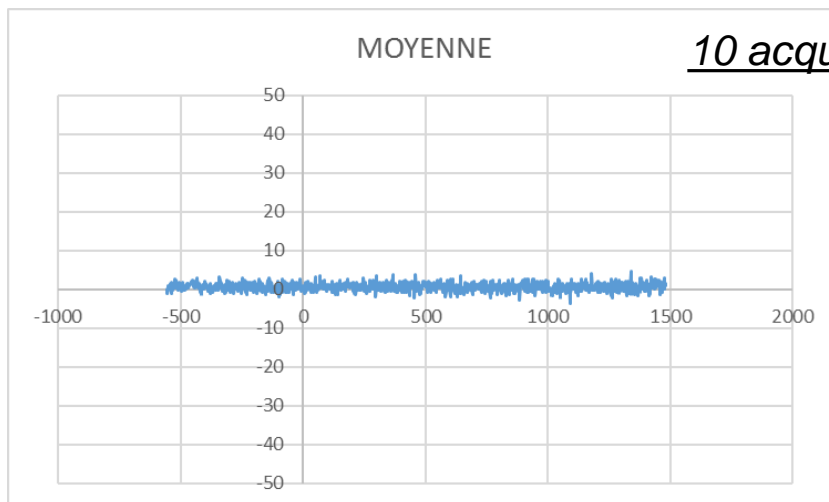
# Vitesse de balayage



# Réduire le bruit - moyenne ou somme ?



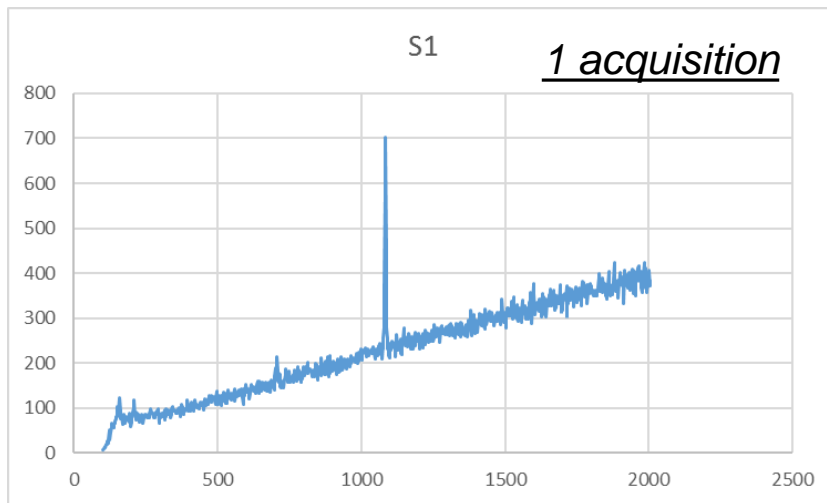
***Le moyennage réduit  
notablement le niveau de bruit  
par rapport à un spectre  
unique***



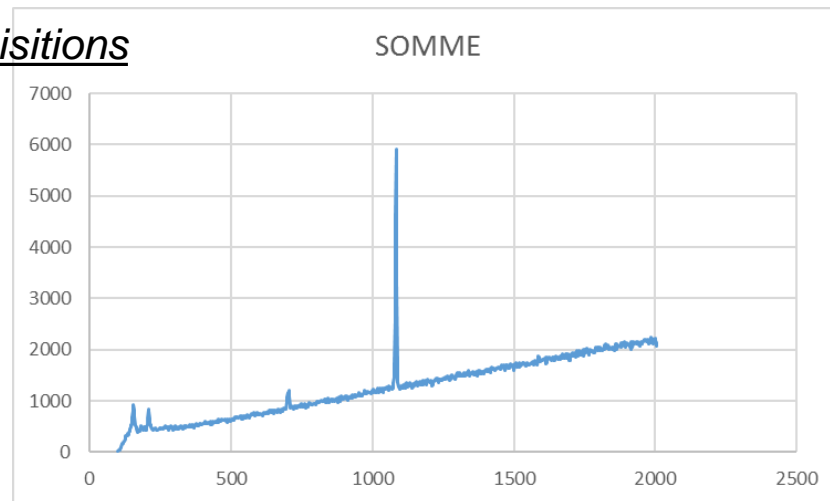
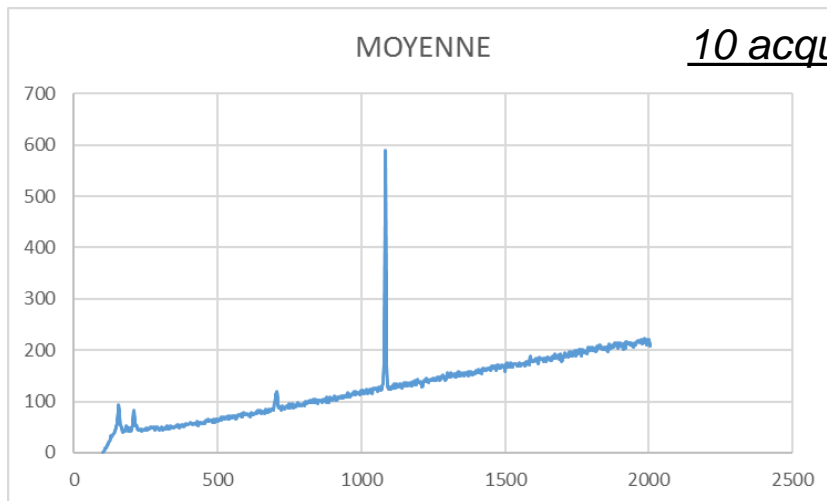
Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

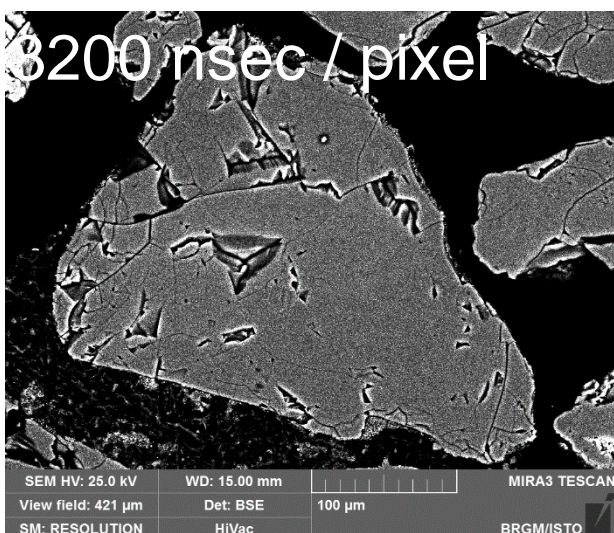
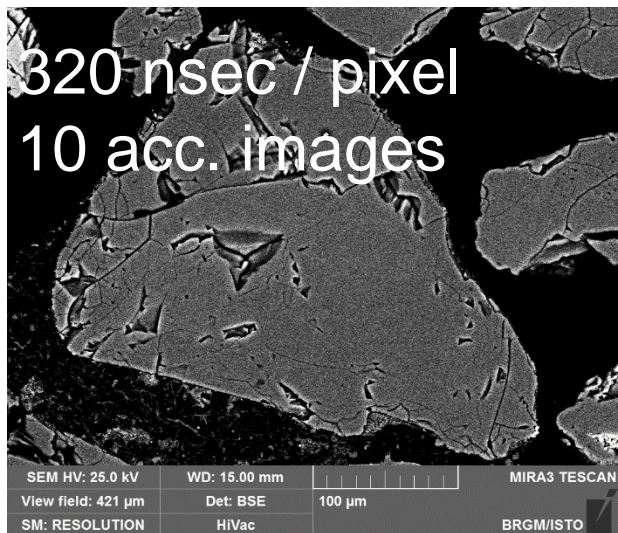
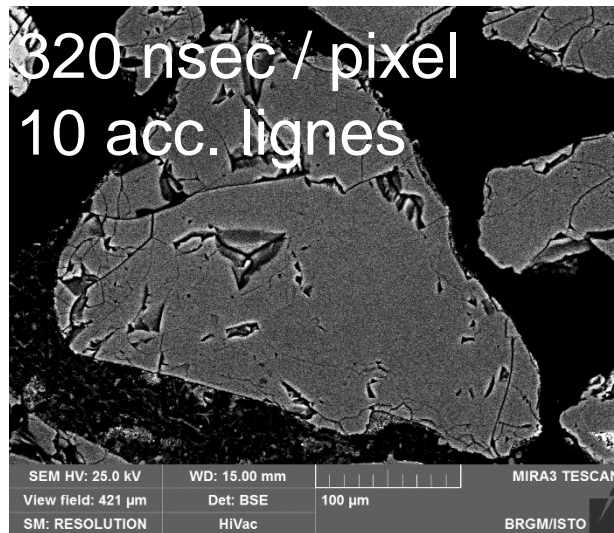
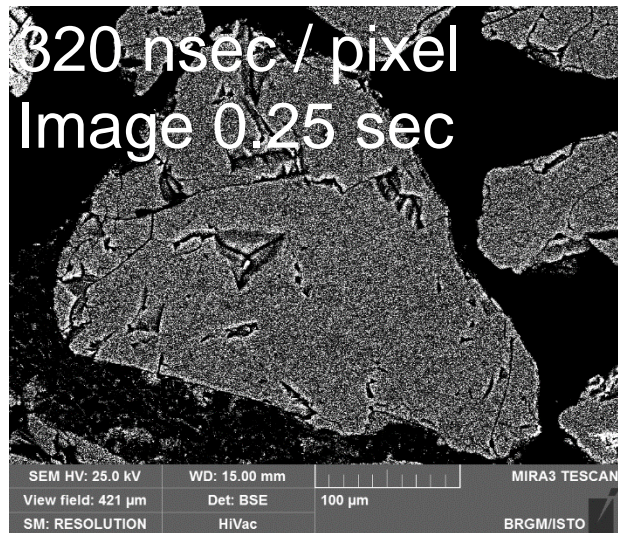
# Réduire le bruit - moyenne ou somme ?



***Le moyennage et la somme  
donnent des spectres  
équivalents de façon relative.  
Le bruit est réduit sur la  
moyenne, le rapport signal /  
bruit est amélioré sur la  
somme***



# Accumulation

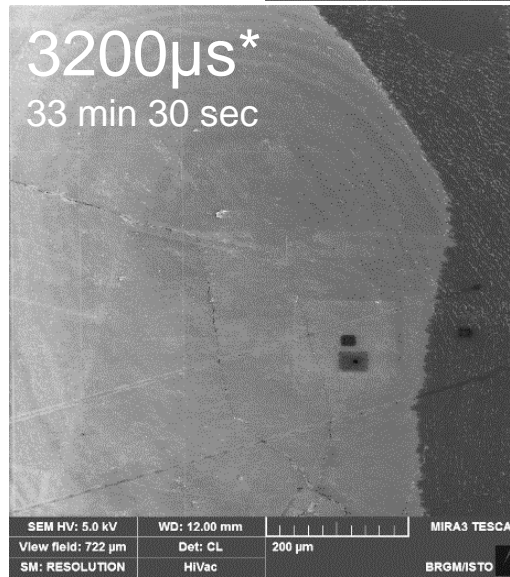
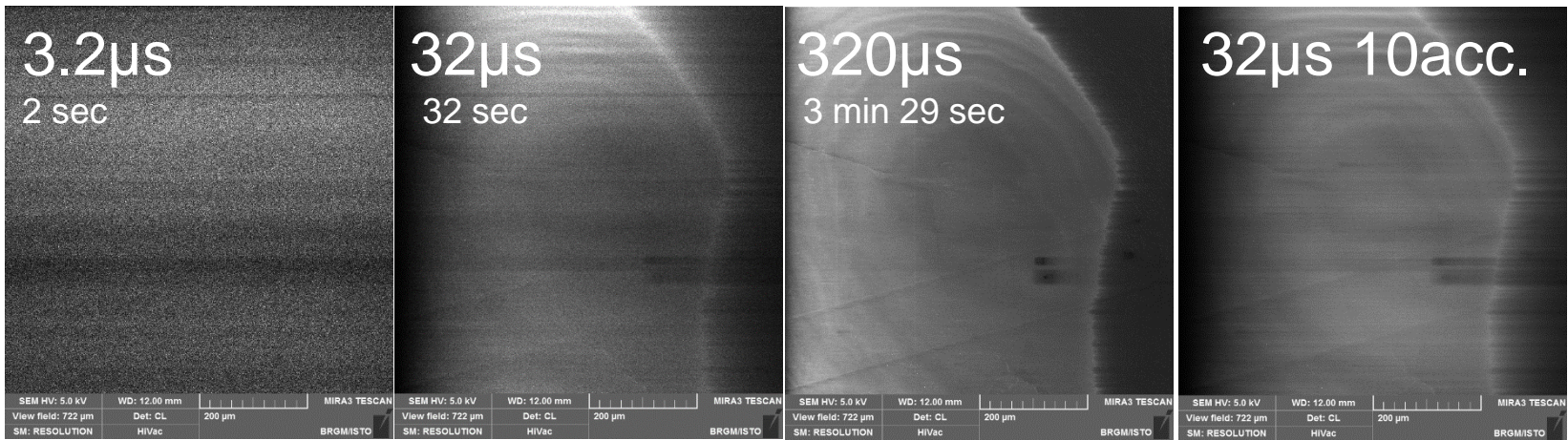


# **Optimiser le signal**

## **Spécificité de certains signaux**

# Cathodoluminescence

Persistence de la luminescence: exemple des carbonates



Balayage rapide  
→ "brouillard"

Balayage lent  
→ image correcte



~~Moyennage~~

~~Sommation~~

**Balayage lent**



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

\* Lee M.R. Imaging of calcite by optical and SEM cathodoluminescence, *Imaging & Analysis*, 2000/09, 49-51

# Courant absorbé

Signal faible et bruité - détection lente liée à la faible bande passante du dispositif de mesure

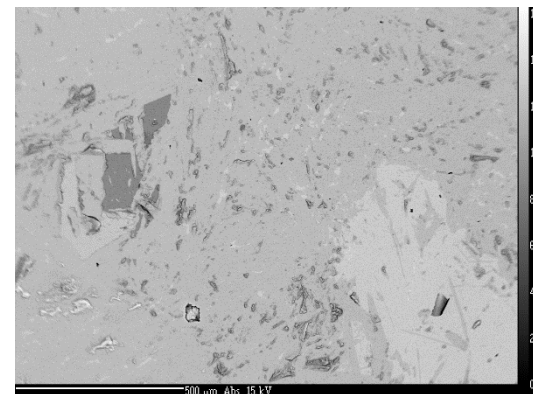
0.320 sec/img



1.280 sec/img



30.720 img/sec



*Balayage rapide*  
→ "brouillard"

*Balayage lent*  
→ image correcte



~~Moyennage~~

~~Sommation~~

**Balayage lent**



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**

# Conclusions

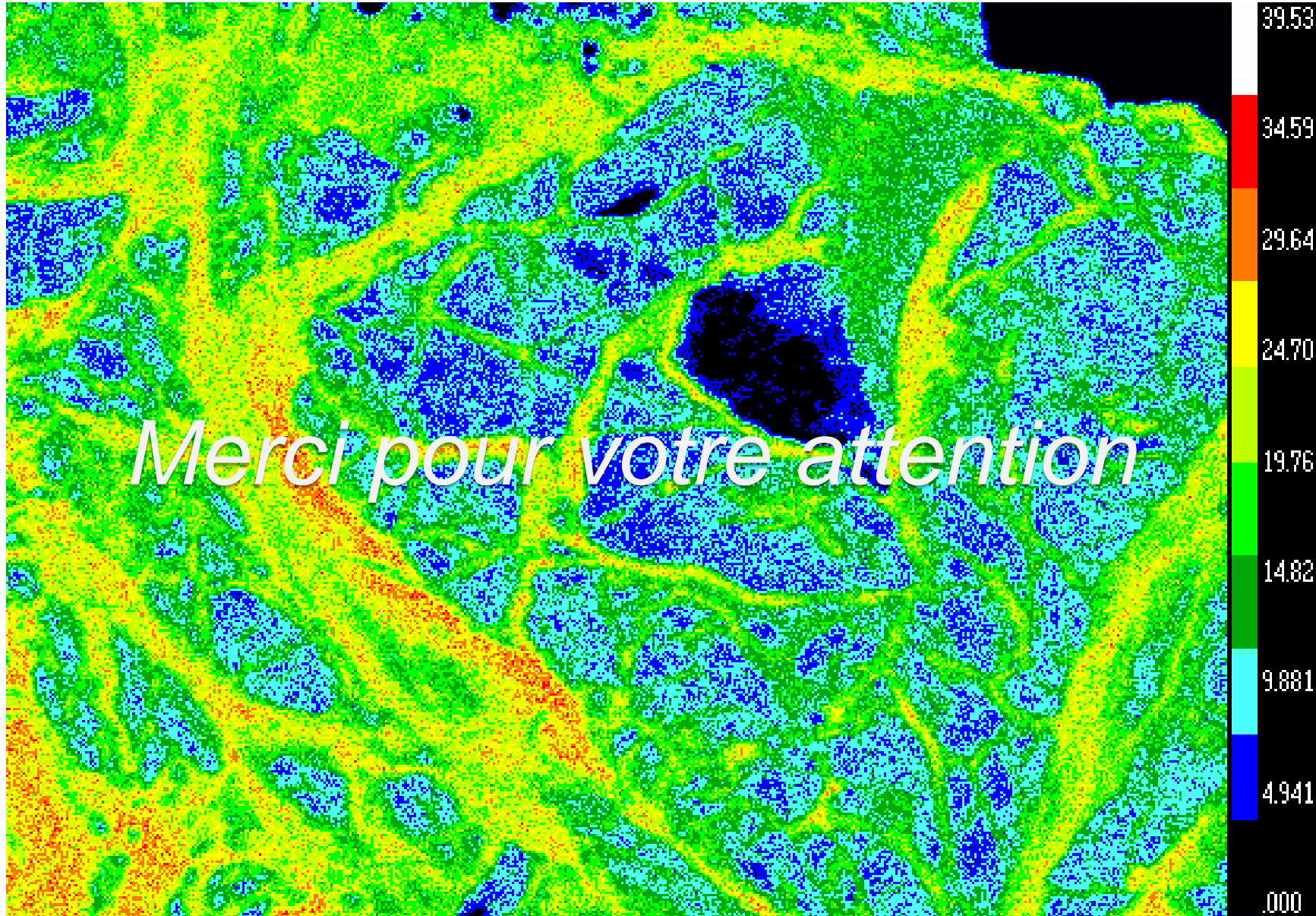
*L'image dans le MEB, aujourd'hui, c'est:*

- *Différents signaux, qui viennent compléter les "classiques" SE et BSE*
- *Différents types de détecteurs pour un même signal*
  - *SE: E-T, mais aussi détecteurs dans la lentille / colonne, détecteurs spéciaux pour le mode pression contrôlée*
  - *BSE: 2, 4 ou 5 cadrans semi-conducteurs, différents types de scintillateurs permettant d'acquérir des images à basse tension, en balayage TV, en mode compo, topo ou mixte*
  - *Électrons transmis: détecteurs monobloc ou rétractables, avec différents secteurs / angles de collection du faisceau direct (BF) au faisceau très diffusé / diffracté (HAADF)*
  - *Photons: cathodoluminescence*
  - *Courant d'échantillon*
- *Différentes façons d'acquérir l'image par accumulation / moyenne d'images / lignes pour*
  - *Améliorer le rapport signal / bruit*
  - *Limiter les conséquences des effets de charge*
  - *Sensibilité de l'échantillon au faisceau d'électrons*



Géosciences pour une Terre durable

**brgm**



200.  $\mu$ m Ni Wt 15. kV

Garnierite de Nouvelle-Calédonie - Cartographie Ni