

ECOLE D'ETE GN-MEBA

Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses

Les détecteurs d'électrons

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

Organisation :



GEOSYSTEMES

Supports techniques :



Autres supports :



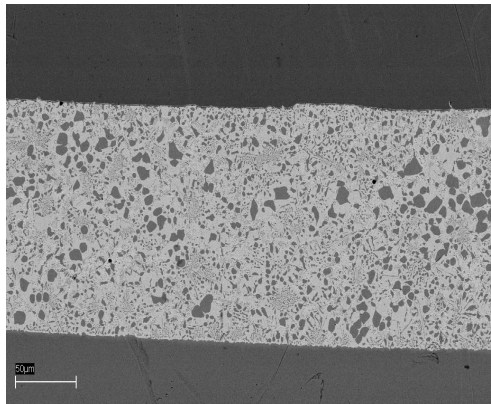


Image en électrons rétrodiffusés (BSE)

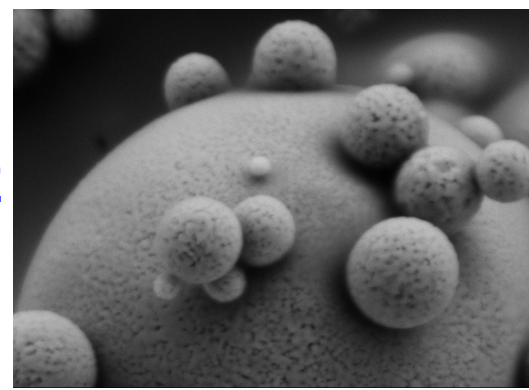
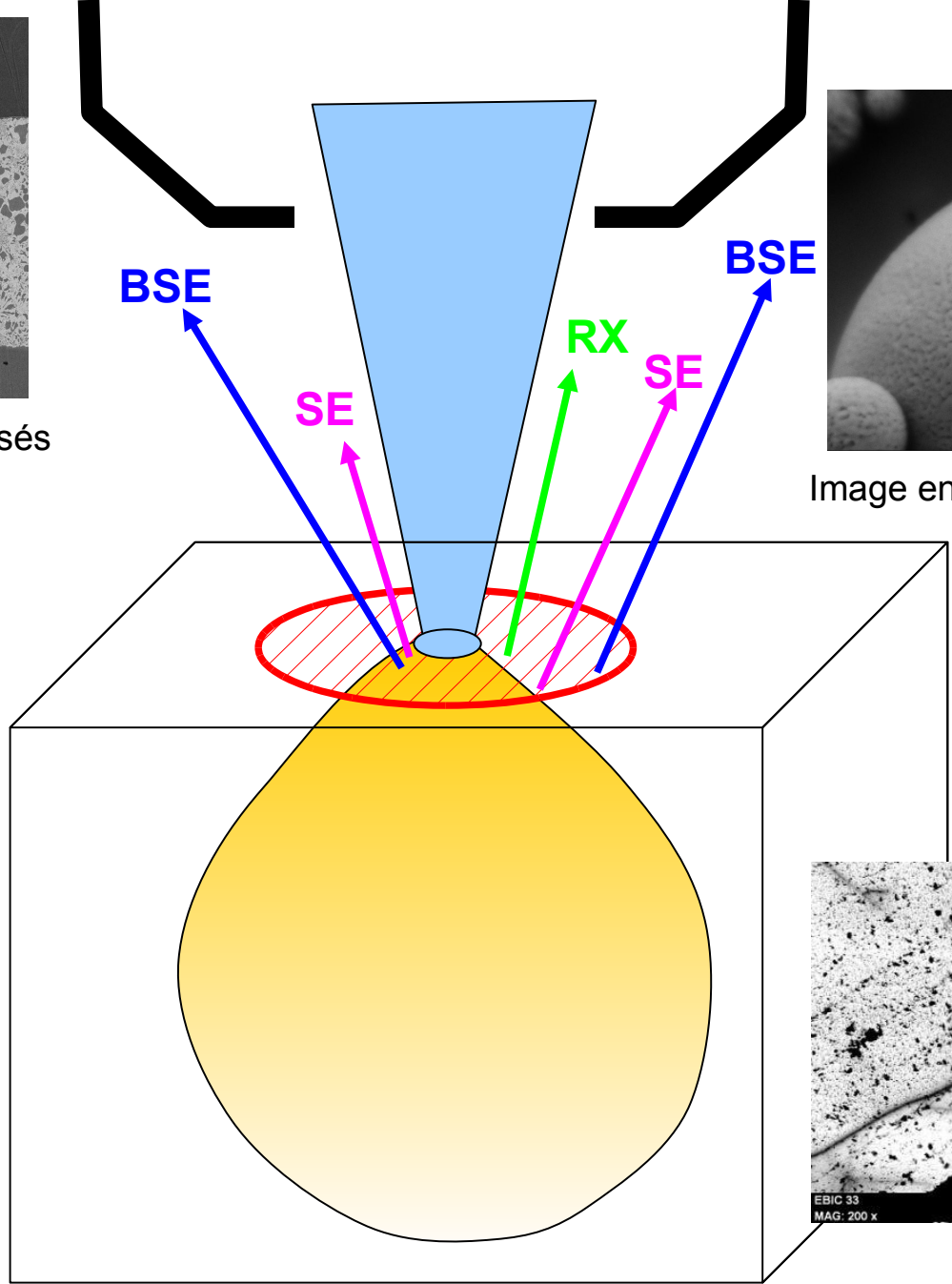
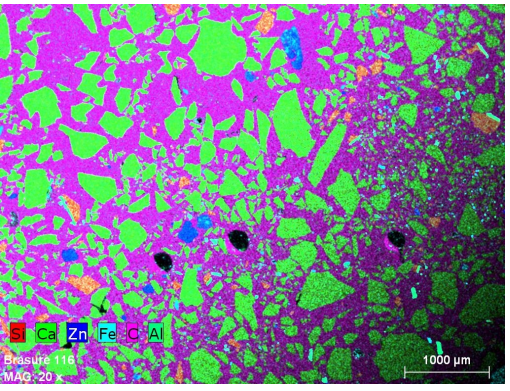


Image en électrons secondaires (SE)



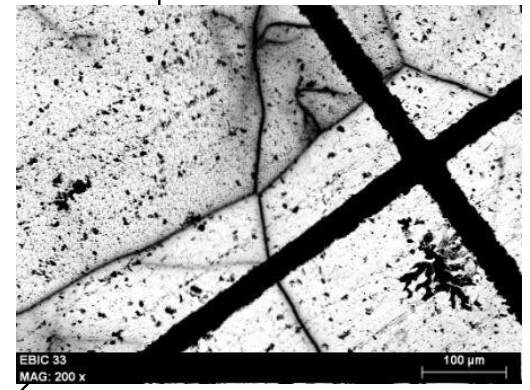
Autres signaux émis



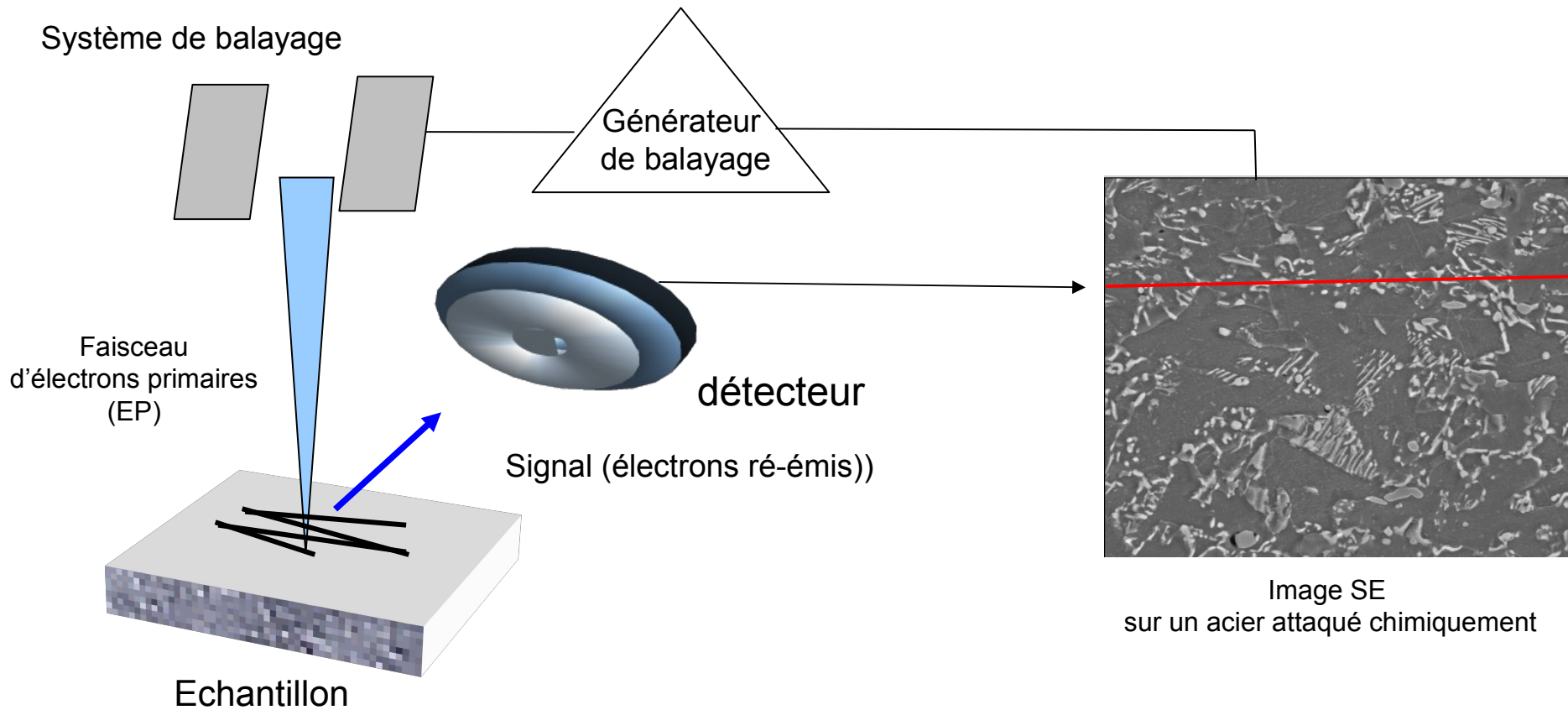
Cartographie X (RX émis)

Visible, UV, IR (Cathodoluminescence)

Courant induit (EBIC)



L'image obtenue de l'objet est la reconstruction point par point de la modulation de l'intensité du signal vidéo détectée par les détecteurs



Le contraste de l'image obtenue dépend :

- du faisceau (tension d'accélération, courant de sonde, balayage)
- de l'échantillon (Z, isolant ou conducteur, ...)
- du détecteur (sensibilité, bande passante, ...)

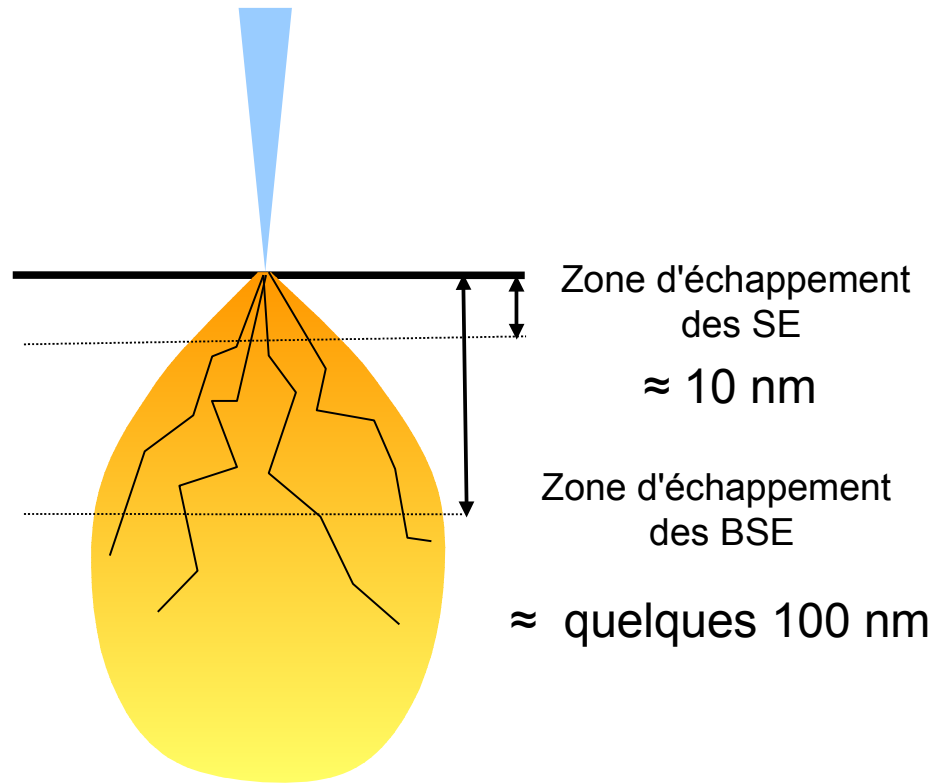
Des détecteurs spécifiques ont été développés

pour collecter au mieux un type de signal SE ou BSE

Leur position : Chambre ou dans la colonne

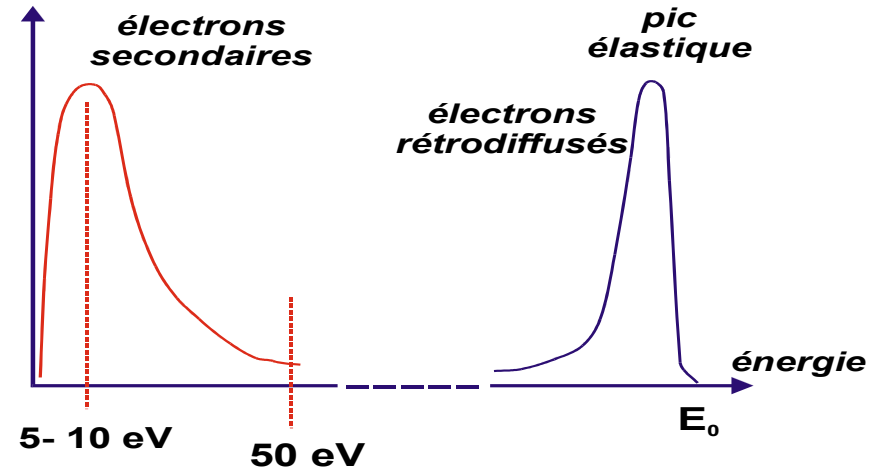
La détection dans les microscopes à pression contrôlée ne sera pas abordée

L'émission des électrons secondaires et des électrons rétrodiffusés



Attention ces valeurs dépendent :

- de la tension d'accélération
- du matériaux (densité)



SE

Contraste
de topographie

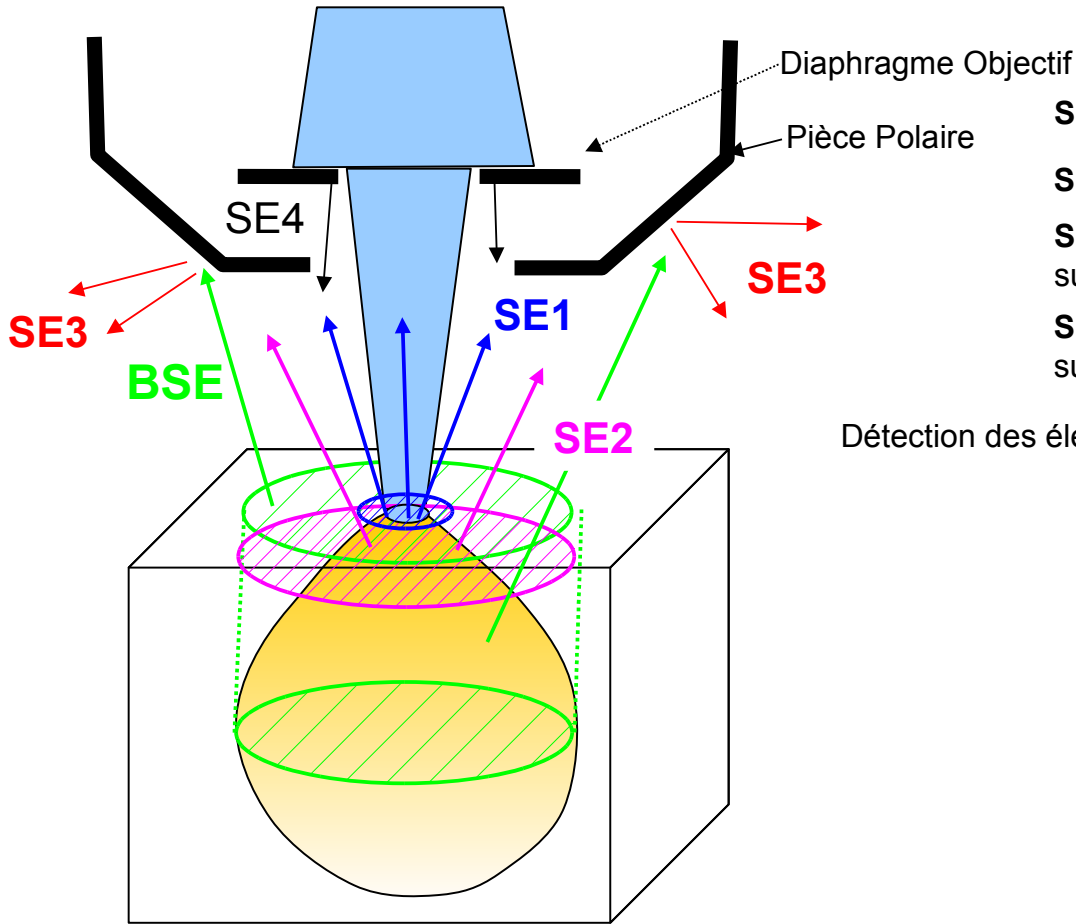


BSE

Contraste
chimique
et topographie

Production et l'émission des électrons secondaires

Importance sur l'image formée (résolution, contraste, interprétation, ...)



SE1 : produit directement par les électrons incidents

SE2 : produit par les électrons rétrodiffusés

SE3 : produit par les électrons rétrodiffusés sur les pièces polaires

SE4 : produit par les électrons incidents sur les diaphragmes

Réf : Travaux de L. Reimer

Détection des électrons secondaires émis à partir d'un échantillon d'Or

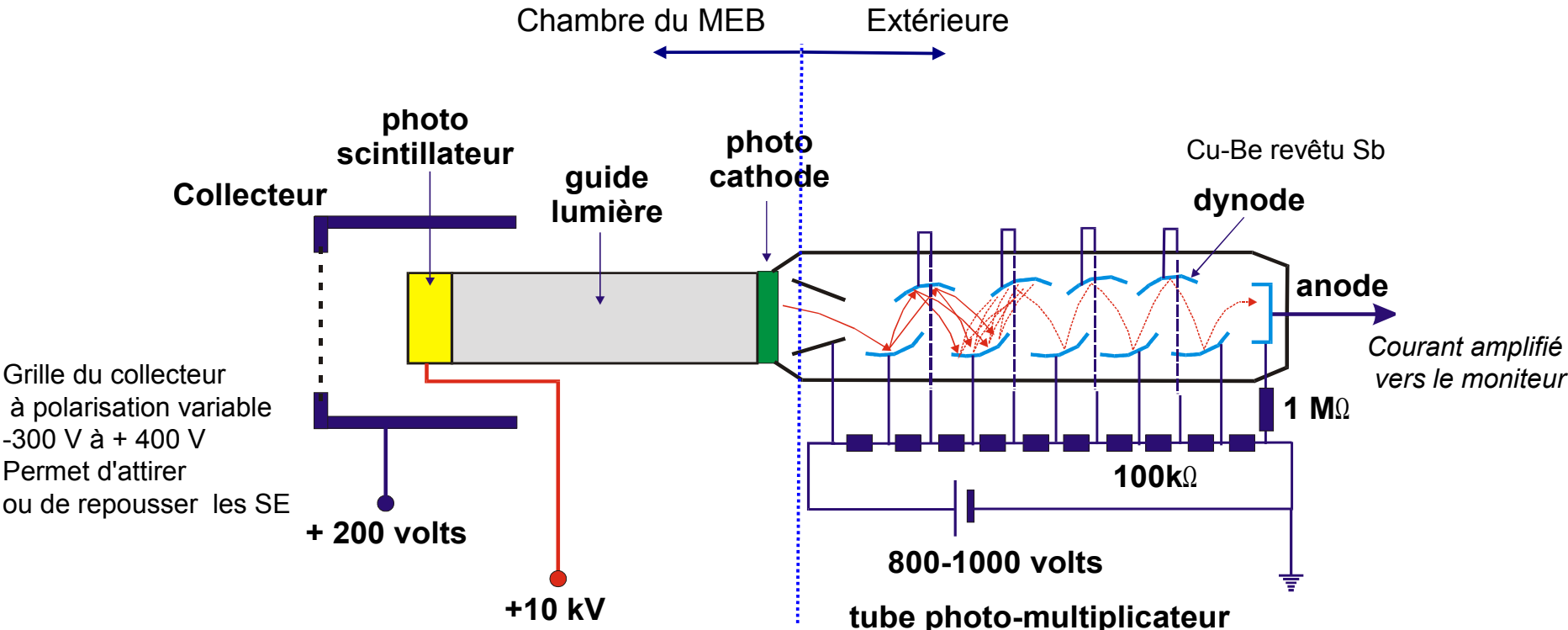
Signal	Collection
SE 1	9 %
SE 2	28 %
SE 3	61 %
SE 4	2 %

Travaux de Peters 1984

Goldstein 3rd edition

La détection des électrons secondaires : le détecteur Everhart et Thornley

Développé en 1960 par Everhart et Thornley



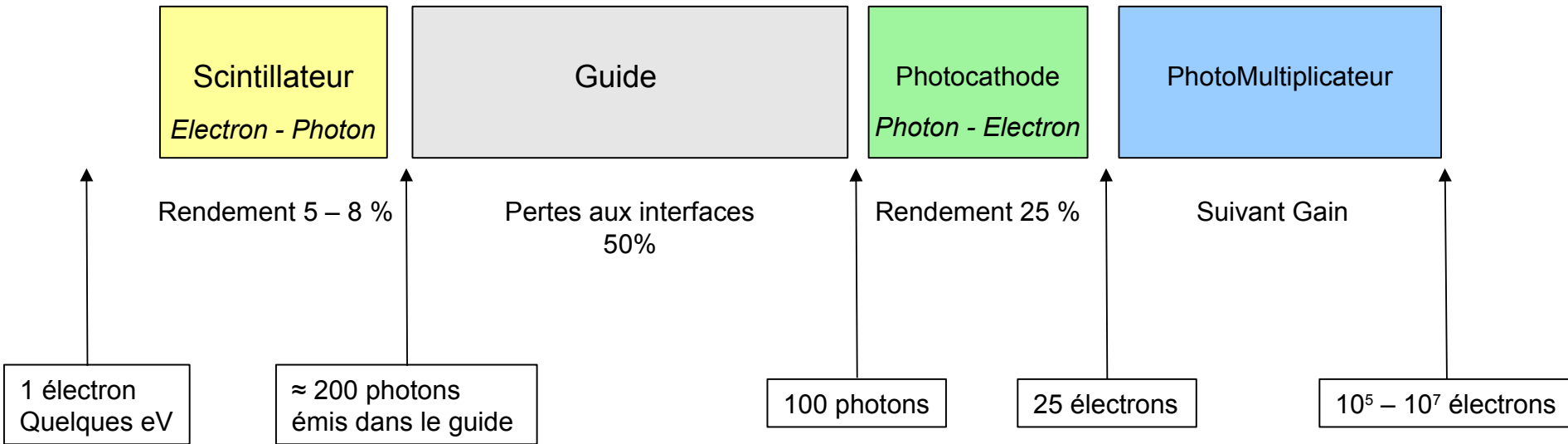
Type de scintillateurs

- P47 : poudre de Silicate d'Ytrium activé par Ce
- P46 : poudre de Grenat YAlO3
- YAP : poudre ou monocristal de Perovskite Y3Al5O12
- YAG : monocristal de Grenat YAlO3

Guide lumière
Quartz, Plastique



La Chaîne de conversion



La chaîne doit être parfaitement adaptée en fonction des différents éléments
Nécessiter de délocaliser à l'extérieur de la chambre le module d'amplification
(sinon contamination des dynodes si directement dans la chambre)

Rendement total de la chaîne = plutôt faible

Mais

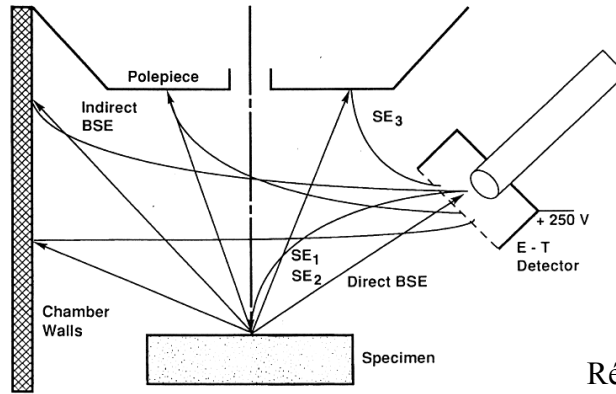
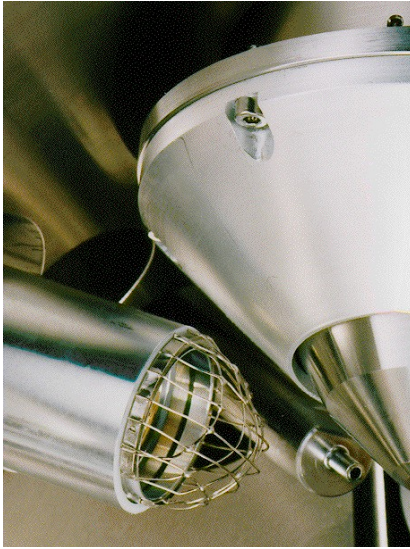
Fort taux d'amplification 10⁵ à 10⁷

Faible niveau de bruit

Large bande passante

Permet d'effectuer des observations à la vitesse TV.

La collection des électrons

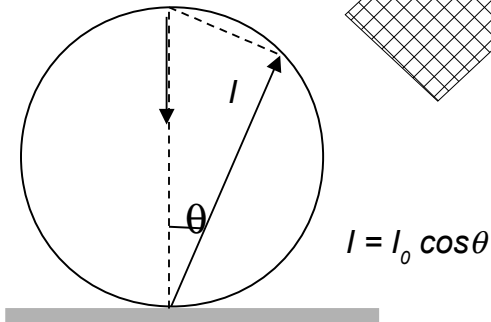


Collecte aussi bien les SE 1, SE 2, SE 3 et des BSE !

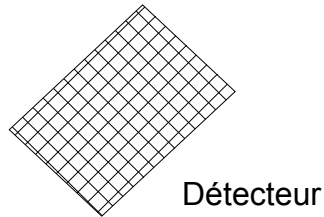
Réf : L. Reimer, Peters

L'émission des SE suit une loi de Lambert (en cosinus)

Faisceau incident

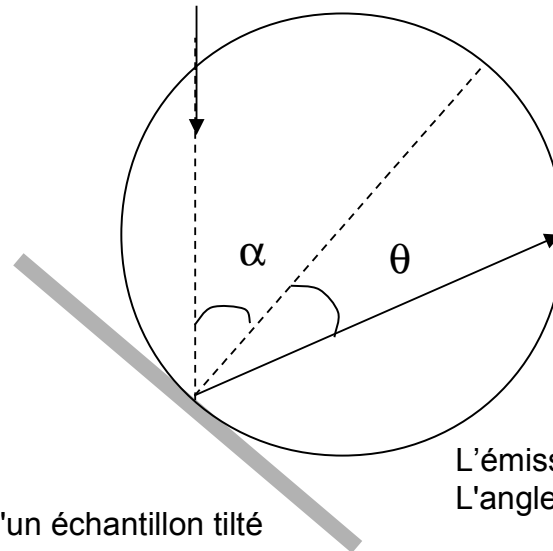


Collection non optimale

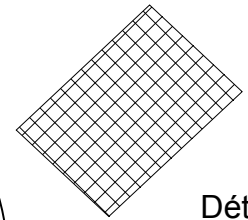


Détecteur

Faisceau incident



Cas d'un échantillon tilté

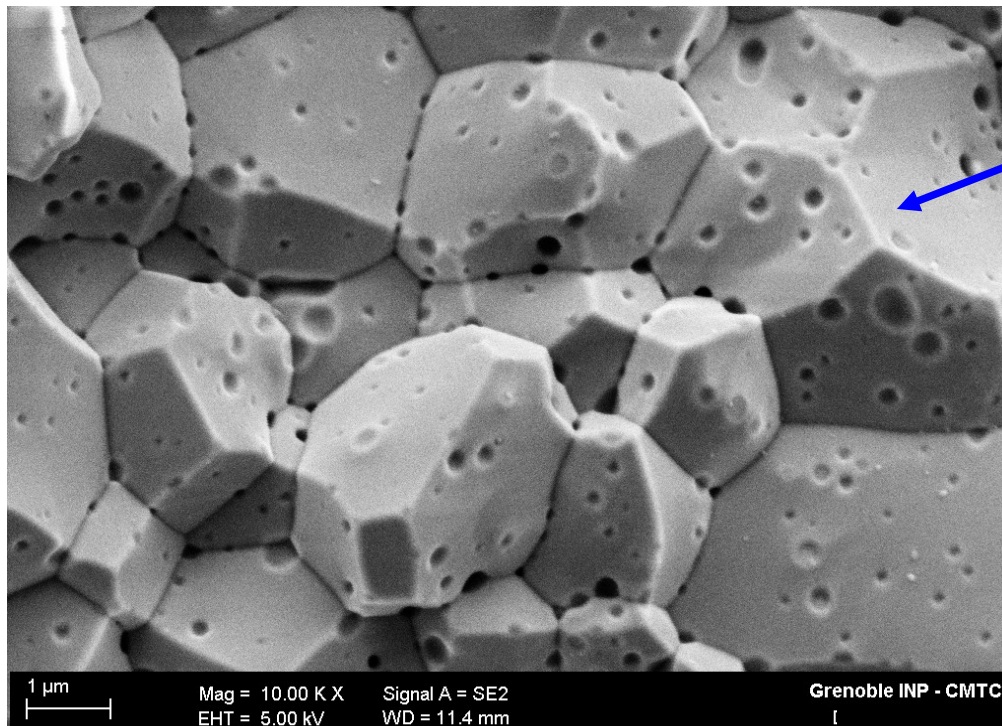
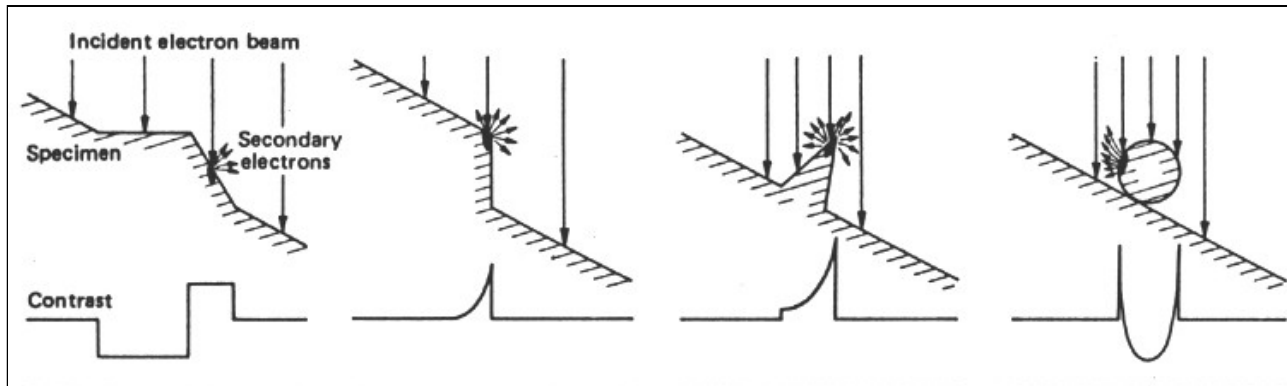


Détecteur

L'émission SE est favorisée
L'angle de collection est meilleure

Interprétation des contrastes

Les électrons secondaires donnent majoritairement un contraste topographique



Arête

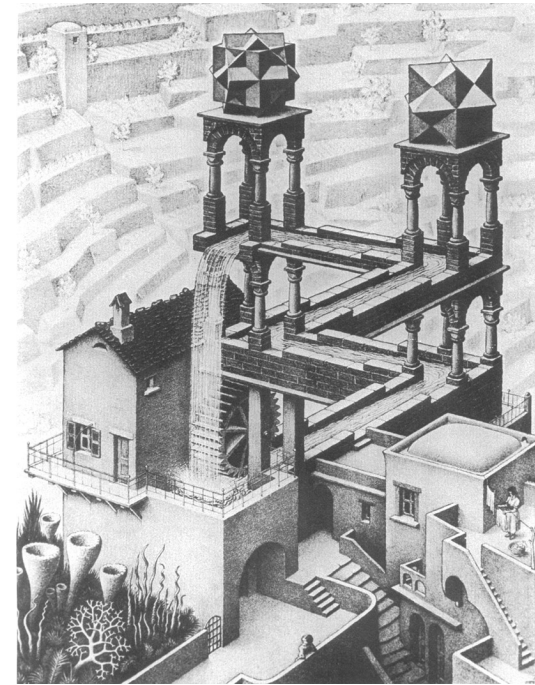
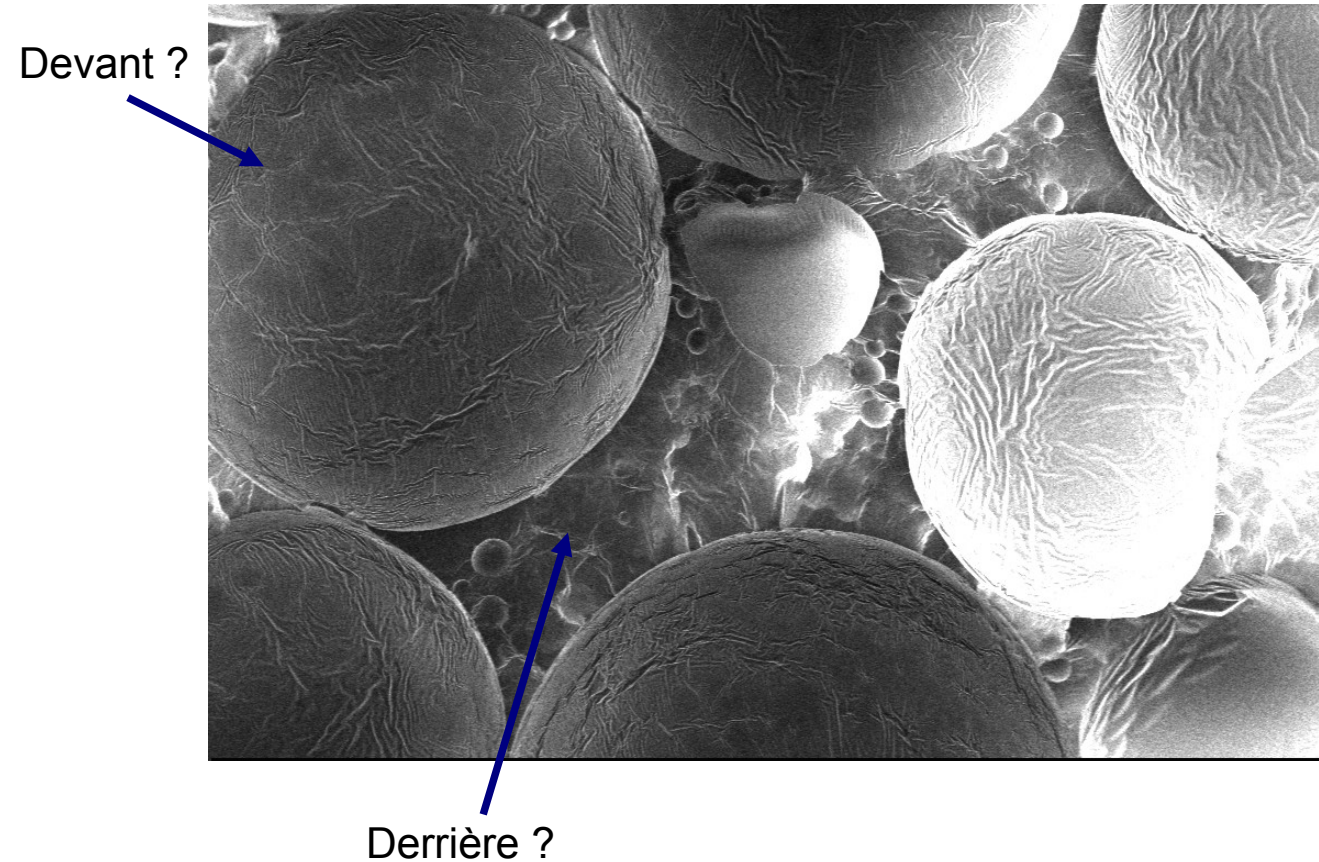
Emission des SE
très importante

Interprétation des contrastes

Attention à l'interprétation du contraste topographique dans certains cas

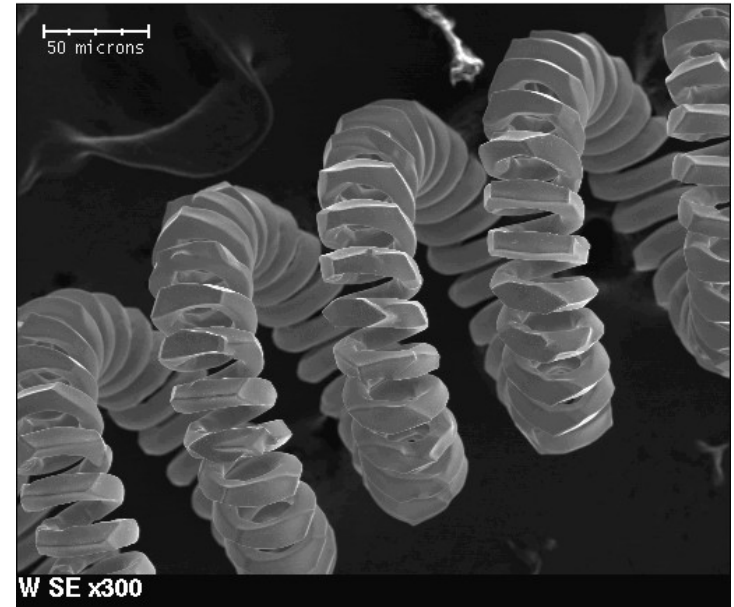
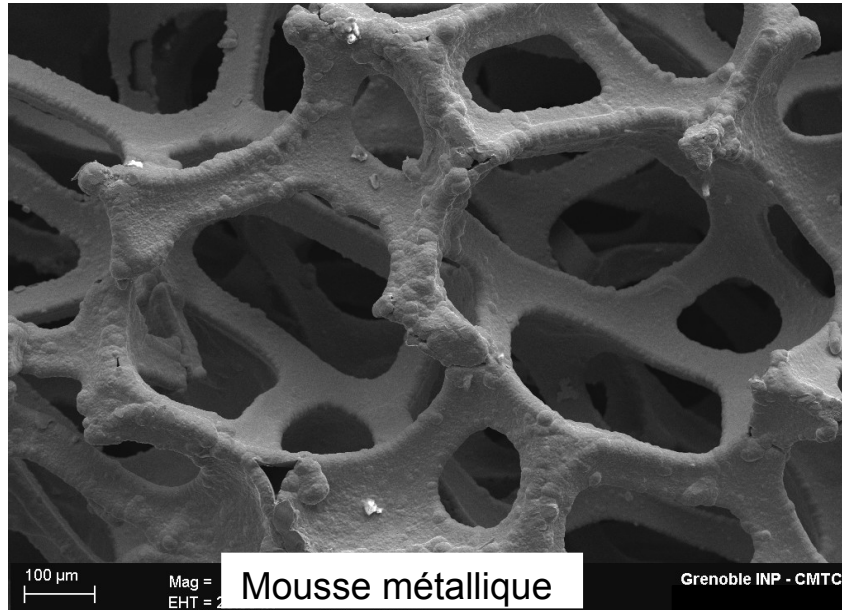
Image SE est avec une perspective cavalière

→ Il peut être délicat de distinguer où est le premier plan



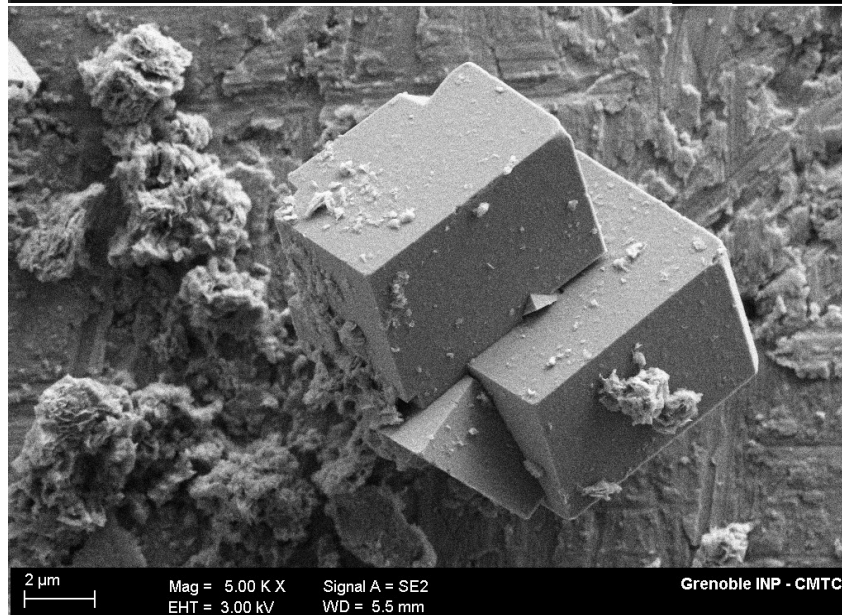
Cascade d'Escher

Interprétation des contrastes



Filament de Tungstène

Grande profondeur de champ



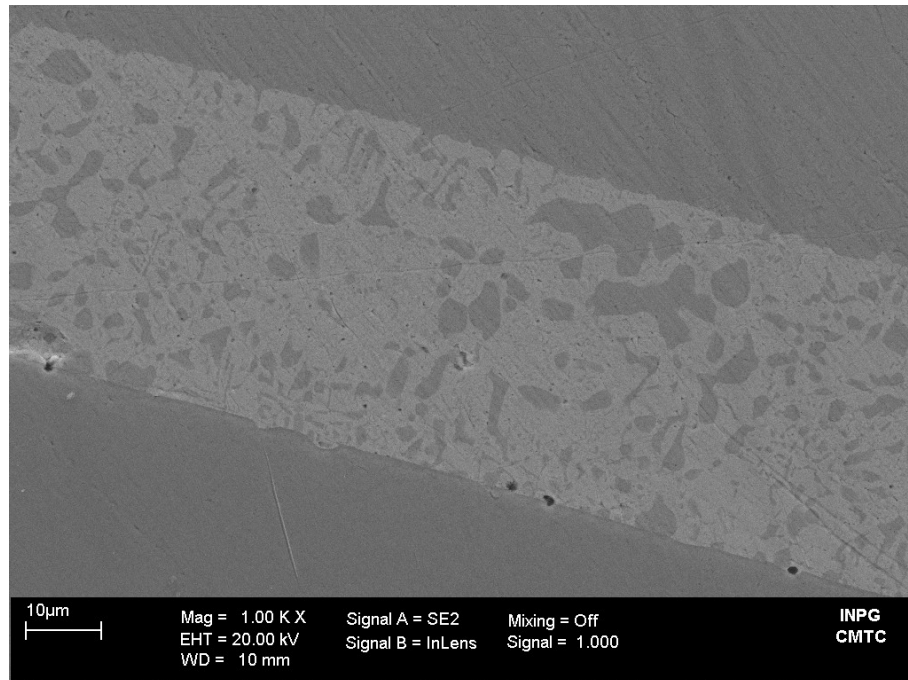
Calcite

Interprétation des contrastes

Les électrons secondaires donnent en majorité une information de topographie

Mais d'autres effets peuvent donner aussi une certaine contribution dans le contraste de l'image SE

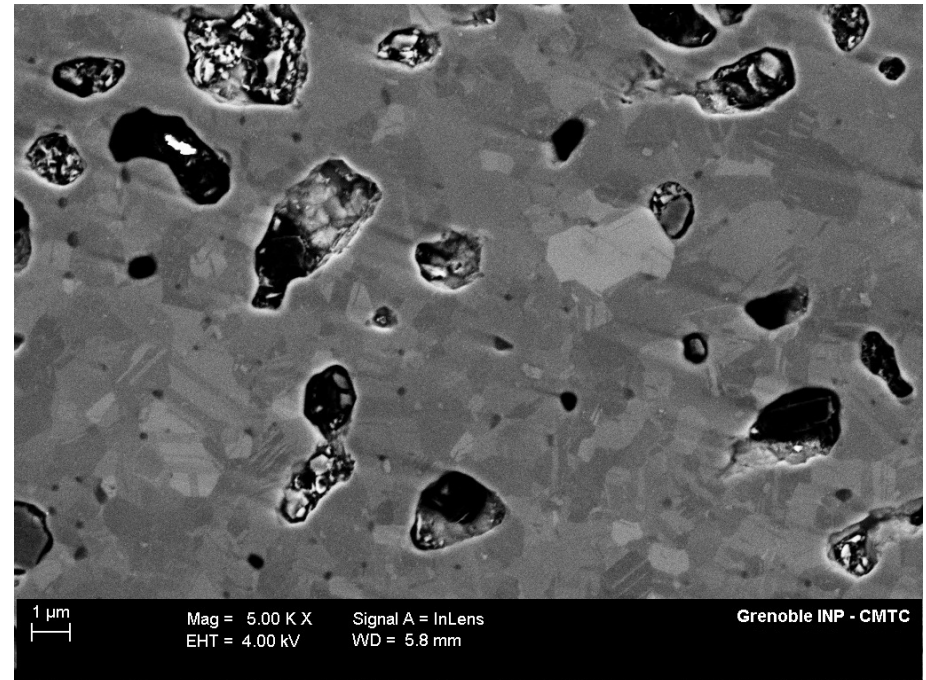
La différence de Z, l'orientation cristalline, les domaines magnétiques, ...



Cordon de brasure Ag-CuZn plan-poli

Effet d'un contraste lié aux Z locaux

Collection des SE2



Echantillon de SiGe plan-poli

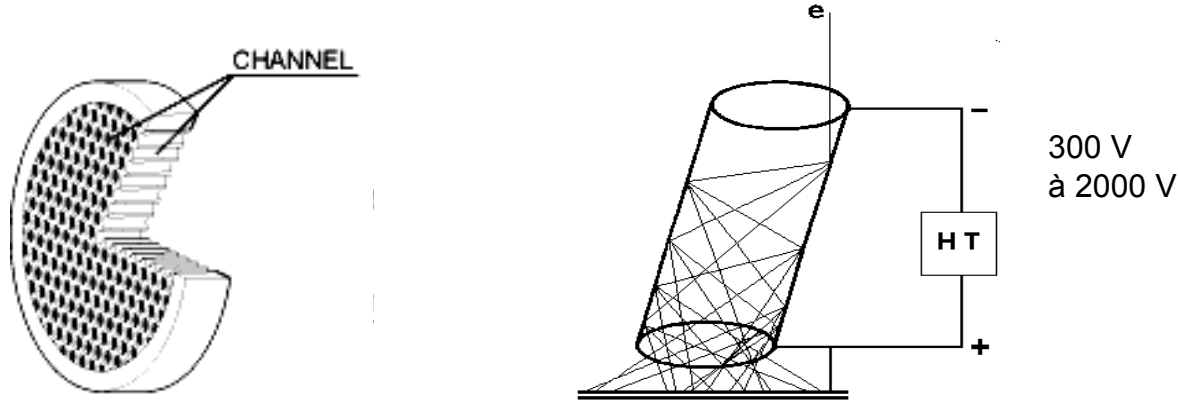
Effet d'un contraste cristallin

Le détecteur à microcanaux

Positionné sous la lentille objectif.

Fonctionnement équivalent à celui d'un tube de photomultiplicateur.

Fibre de verre dopé au plomb revêtue d'un matériau à fort coefficient d'émission secondaire (Diamètre 10 – 25 microns Longueur 0,5 – 1 mm)



Multiplication électronique dans une fibre du détecteur à microcanaux

- Position sous la lentille → Écrasement de la topographie
- Large angle de collection
- Efficace à basse tension
- Possibilité d'avoir une image à 1 kV avec un courant de 1 pA



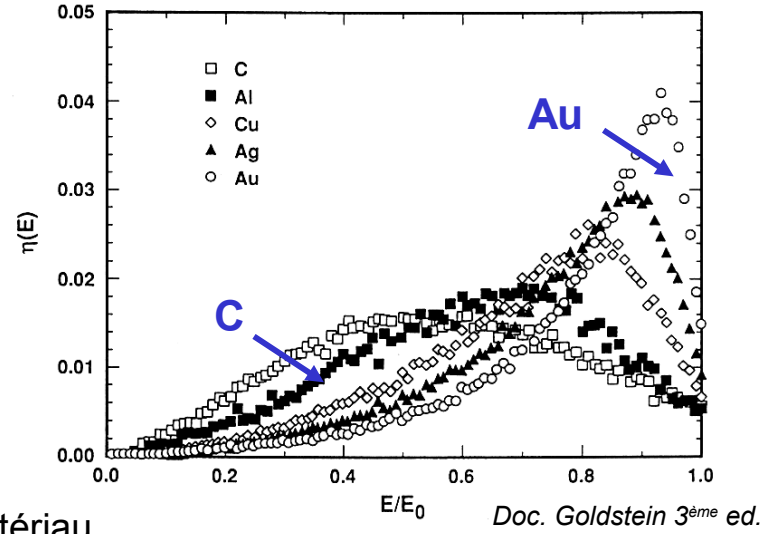
Détecteur MCP "Microchannel Plates" (document KE)

La détections des électrons rétrodiffusés

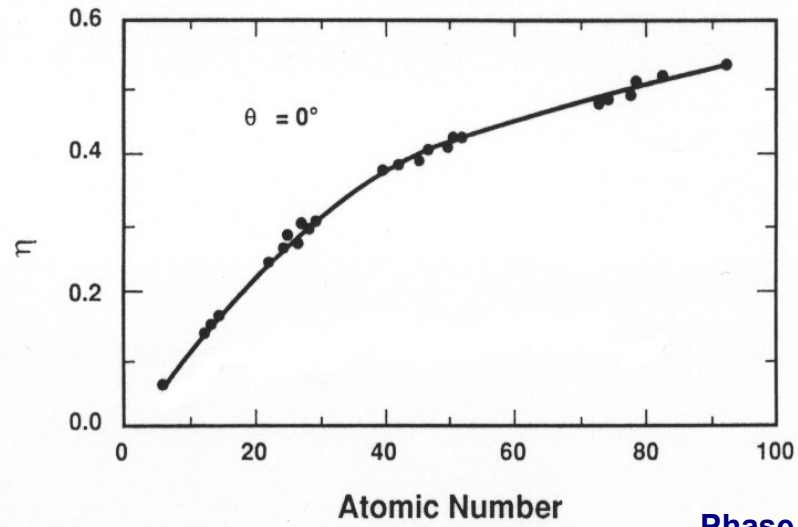
Rappel de quelques propriétés des électrons rétrodiffusés (BSE)

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons d'énergie élevée
Dépendant de E_0 et du matériaux

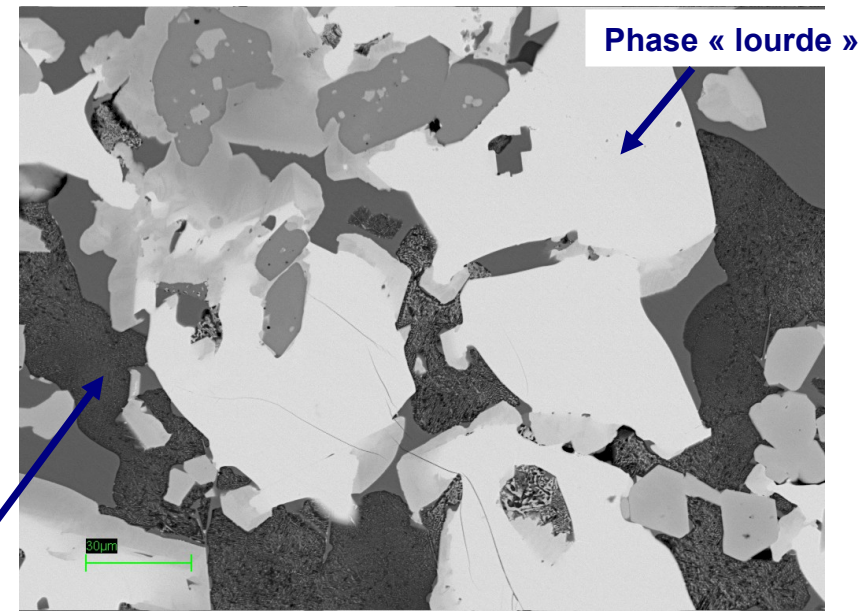
L'émission des électrons rétrodiffusés varie en fonction du matériau



→ **Contraste de composition
Ou contraste chimique**

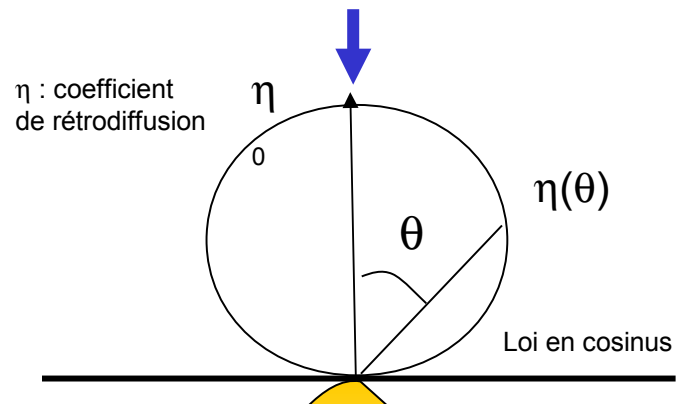


Phase « légère »

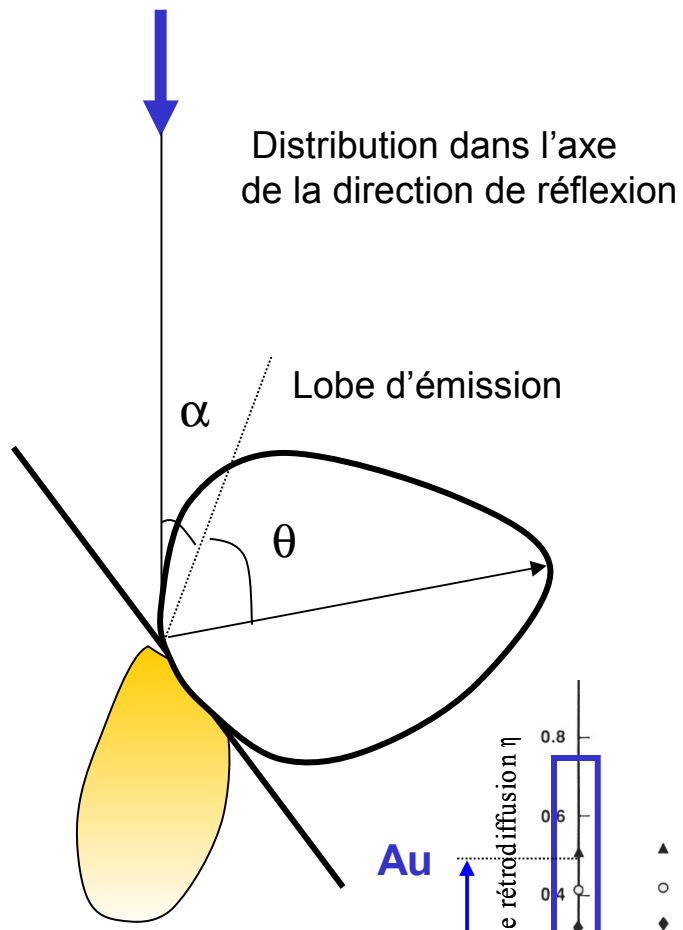


Echantillon multiphasé métallique

Distribution angulaire d'émission des BSE



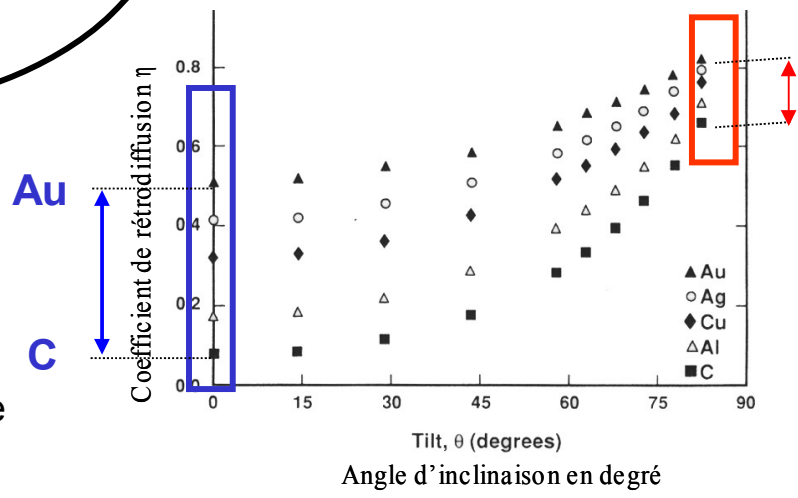
Suit une loi de Lambert lorsque l'incidence du faisceau est normal à la surface



Si l'échantillon est incliné

Augmentation du contraste topographique
Mais diminution du contraste chimique

Doc. Goldstein 3^{ème} ed.



Conséquence sur la position du détecteur BSE : Classiquement sous la lentille objectif

Les différents types de détecteurs

Les détecteurs « Mixtes »

Les détecteurs d'électrons secondaires peuvent collecter les électrons rétrodiffusés

Everhart et Thornley et Microcanaux

Les détecteurs à scintillateur

Ces détecteurs collectent directement les électrons rétrodiffusés

Détecteurs Austrata, Robinson et Centaurus

Les détecteurs à semi-conducteurs

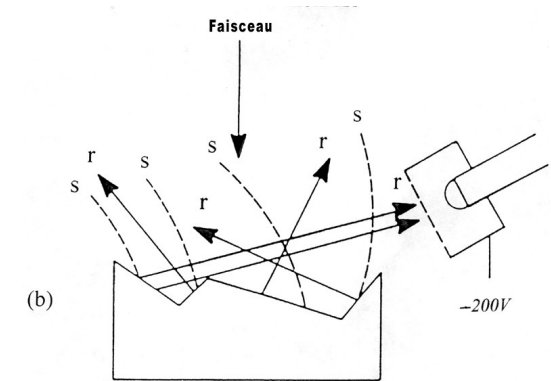
Ils sont caractérisés par la présence d'une jonction dans la zone de détection

Les détecteurs « Mixtes »

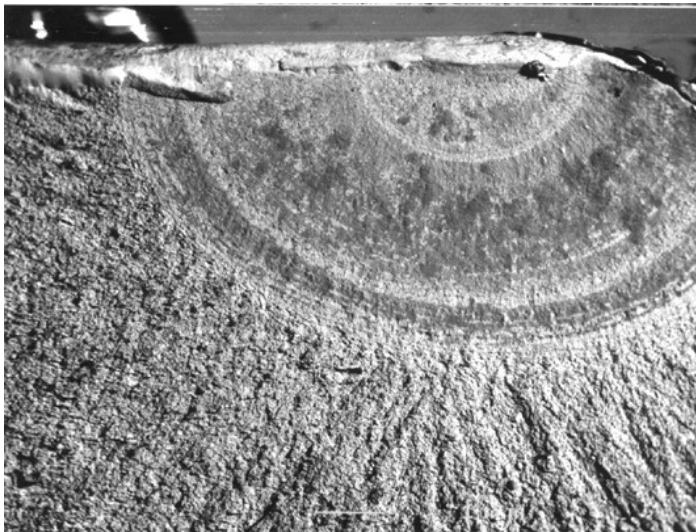
Dans le cas du détecteur Everhart et Thornley

Une polarisation négative de la grille de collection d'au moins -50 Volt va repousser les électrons secondaires

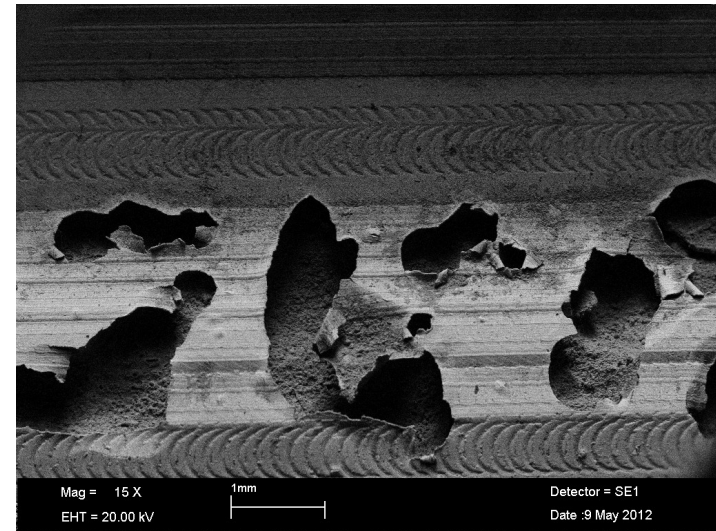
Seuls les électrons rétrodiffusés dans l'angle solide de collection seront détectés.



Le contraste de l'image donne une impression d'éclairage rasant.



Cas d'un faciès de rupture



Cas d'une corrosion catastrophique

Le contraste obtenu comporte à la fois une information topographique et chimique. Mais suivant la position du détecteur, la composante chimique sera réduite.

Le très faible angle de détection (10^{-2} à 10^{-1} stéradian) engendre une faible efficacité et un mauvais rapport signal sur bruit, nécessitant l'utilisation de courant de faisceau élevé

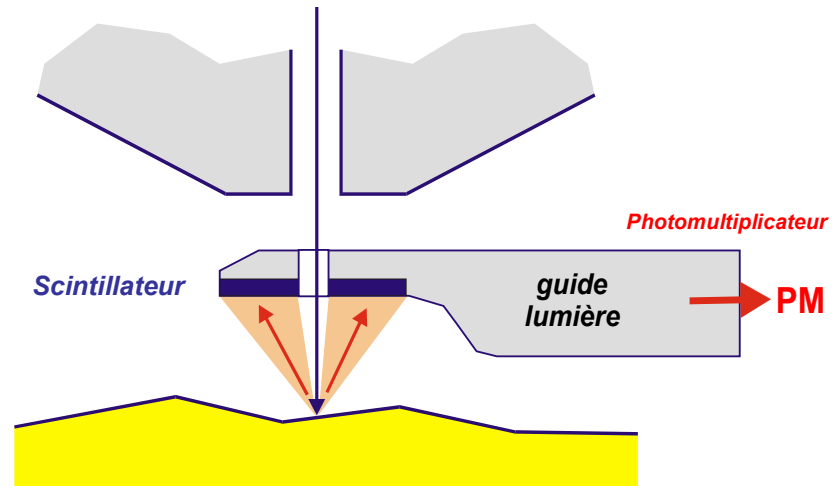
Les détecteurs à scintillateur

Ces détecteurs sont positionnés sous la lentille Objectif

Ces détecteurs sont souvent rétractables car leur encombrement est relativement important.

Détecteurs de haute sensibilité

Observation à des vitesses TV



Ce sont des détecteurs « passifs » : aucune collection aidée par une polarisation est réalisée. Seuls les électrons rétrodiffusés dans l'angle solide de collection sont détectés.

Leur énergie est suffisante pour « exciter » le scintillateur

Scintillateurs utilisés :

Même famille que ceux utilisés dans un détecteur E&T

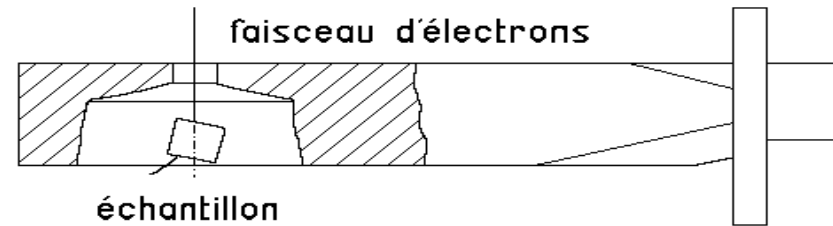
Polymère, à poudre (P47,P46, Grenat, ...) à monocristal (YAG, YAP)

Détecteur Robinson

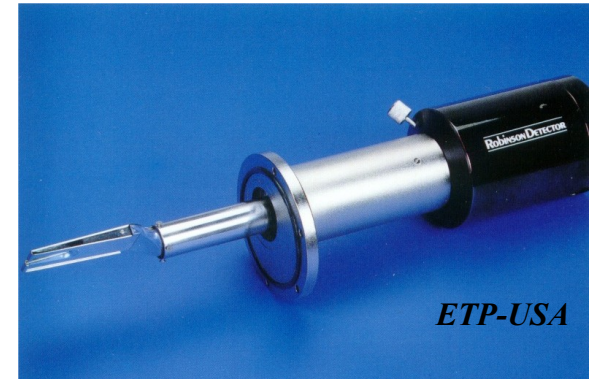
Le premier détecteur développé par Robinson :
Le scintillateur-guide de lumière creux entourant l'échantillon
Collection sur 2 stéradians

Actuellement 6^{ème} génération ;
scintillateur polymère formant également le guide de lumière

Possibilité de polariser jusqu'à 3kV pour un meilleur rendement à
basse tension du faisceau électronique



Robinson, J. Phys. E, 7, 650-652 (1974)

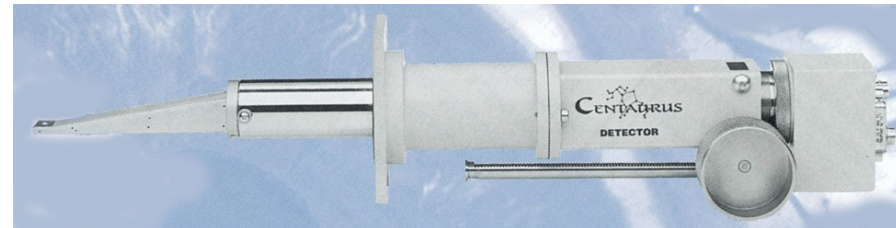


Détecteur Centaurus TM

Scintillateurs à poudres

- Grandes vitesses de réponse,
- Coûts faibles tout en conservant une efficacité suffisamment élevée

P 47 sous forme de poudre (silicate d'yttrium dopé au cérium). .



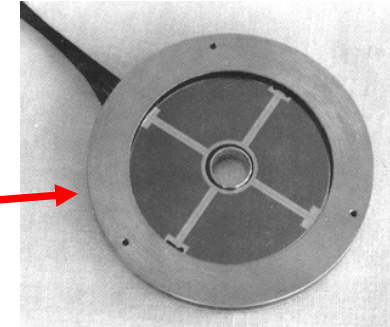
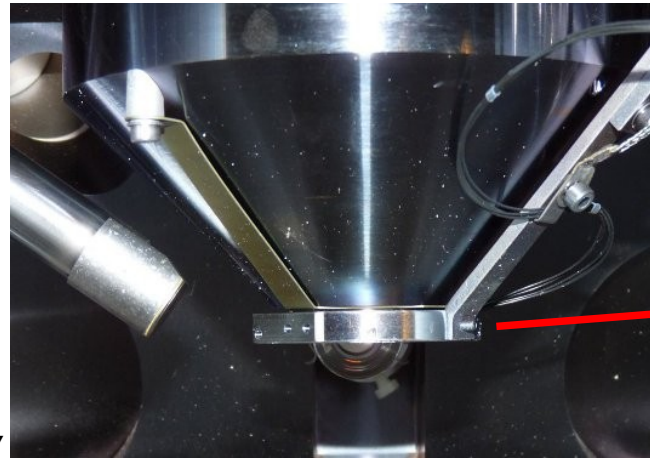
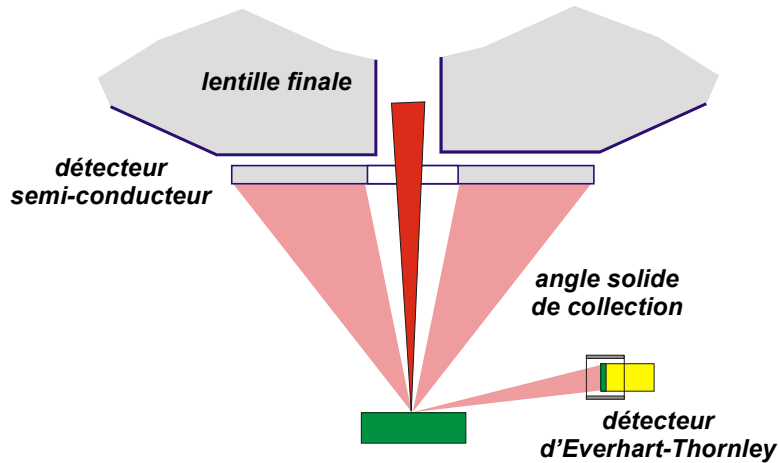
Doc. Centaurus

Optimisation :

- Scintillateur + Guide même matériaux
- Existence de plaques d'aluminium poli miroir pour minimiser les pertes lors de la transmission

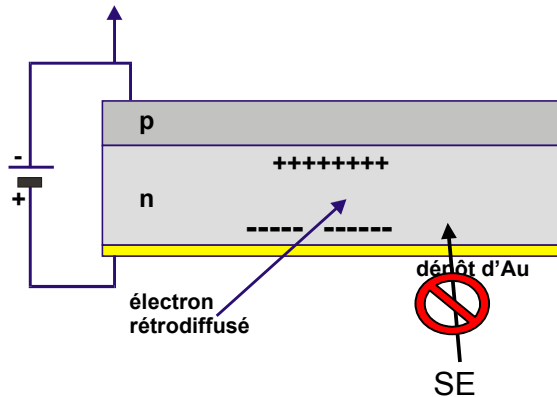
Les détecteurs à semi-conducteurs

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

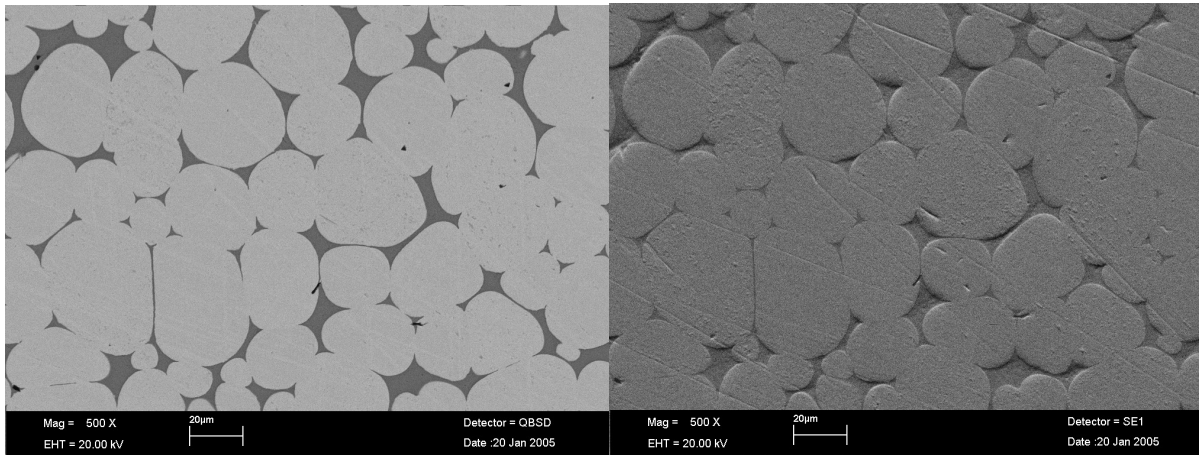
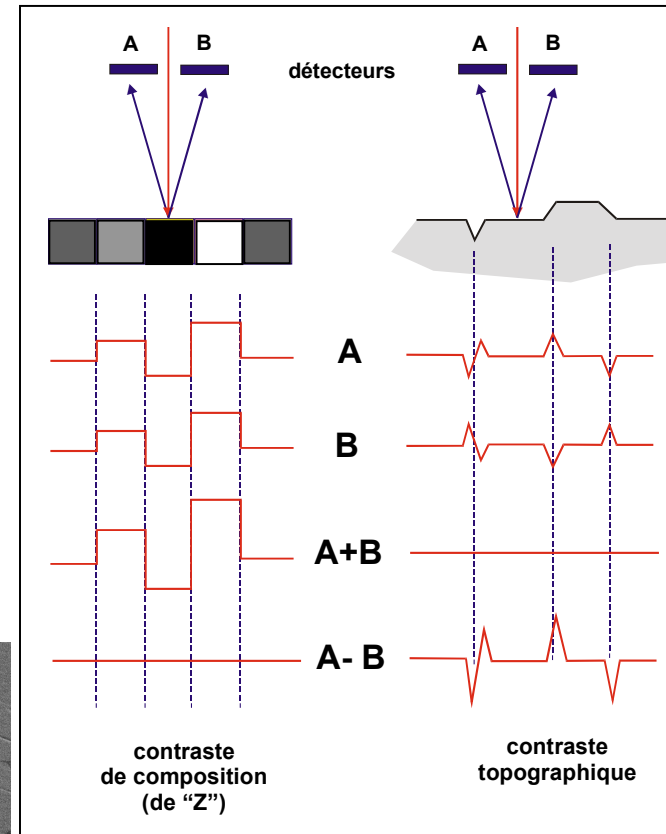
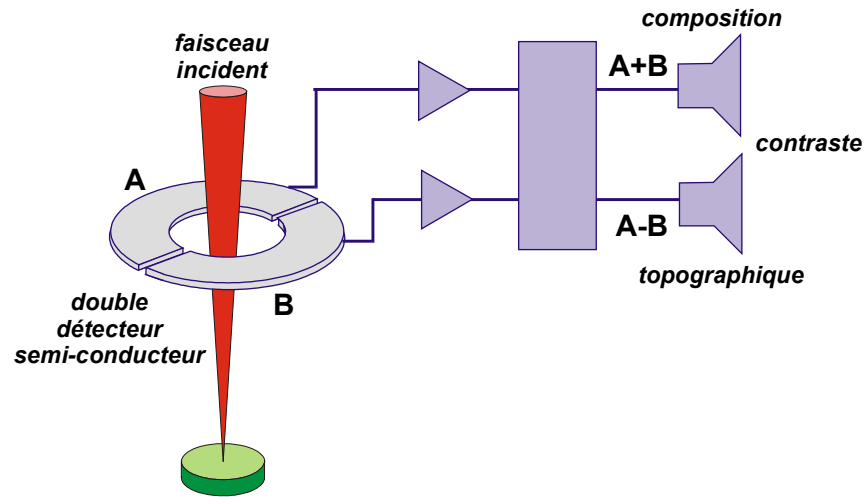
- Jonction diffusée,
- Jonction à implantation
- Jonction Schottky (barrière de surface)

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

Rmq : La couche de métallisation provoque une absorption partielle des électrons incidents et donc une baisse d'efficacité, notamment aux basses énergies.

Intérêt de différencier les secteurs de la diode

Différencier un mode de composition chimique ou de topographie

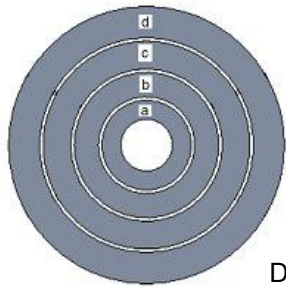


A + B

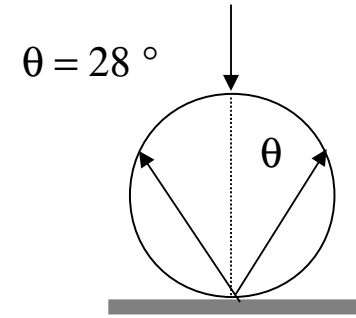
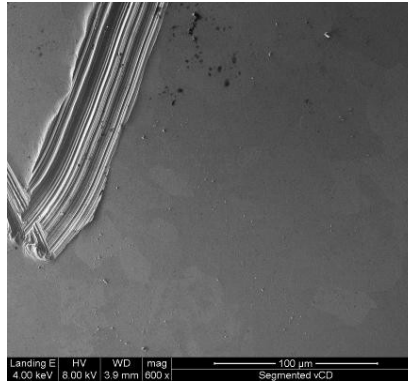
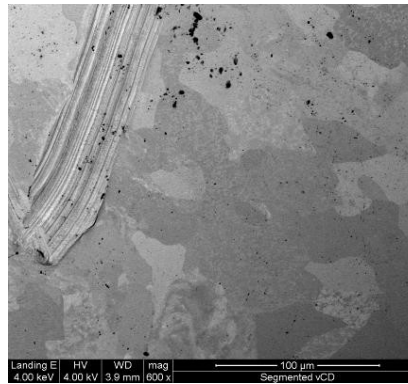
A - B

Autres développements

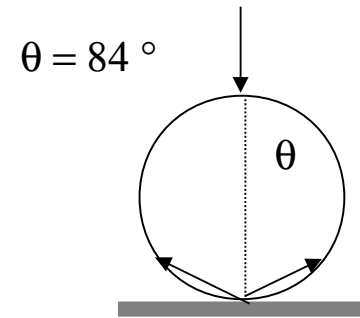
Détecteur Solide Annulaire



Doc FEI
L. Roussel



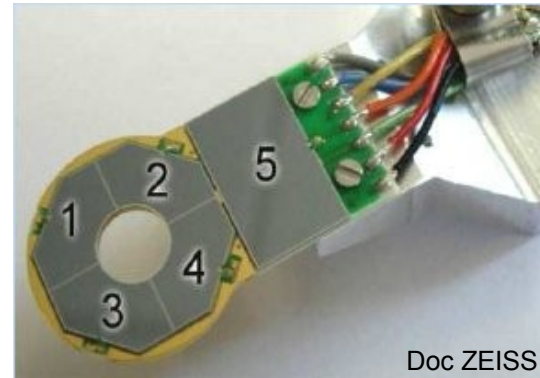
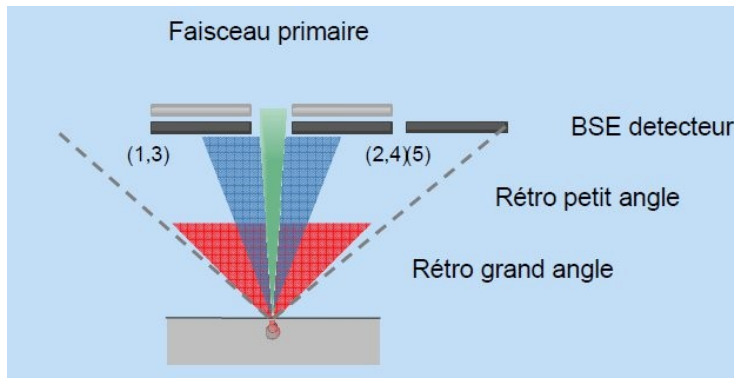
Composante chimique
Importante



Composante topographique
Importante

Doc Lich et al, M&M2010

Détecteur à cinq secteurs



Doc ZEISS

Proposé par différents
constructeurs

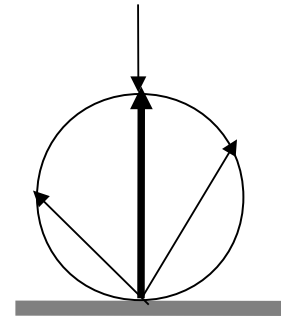
JEOL

La détection des électrons secondaires et rétrodiffusés dans la colonne

Obtenir une image avec la meilleure résolution possible avec le maximum de signal.

À haute et basse tension

L'émission des SE et des BSE suit une loi de Lambert : Elle est optimale dans l'axe du faisceau



Cette détection particulière est liée à l'utilisation d'une colonne à effet de champ.

La détection est prise en compte dans la conception de la colonne afin d'optimiser la résolution

Car il est nécessaire de :

Donner une trajectoire « remontante » vers les détecteurs afin de les collecter

Ne pas perturber la faisceau d'électrons incidents

Présence d'électrons Secondaires et rétrodiffusés dans la colonne (charge d'espace, ...)

Présence du détecteur ou autres accessoires dans la colonne,

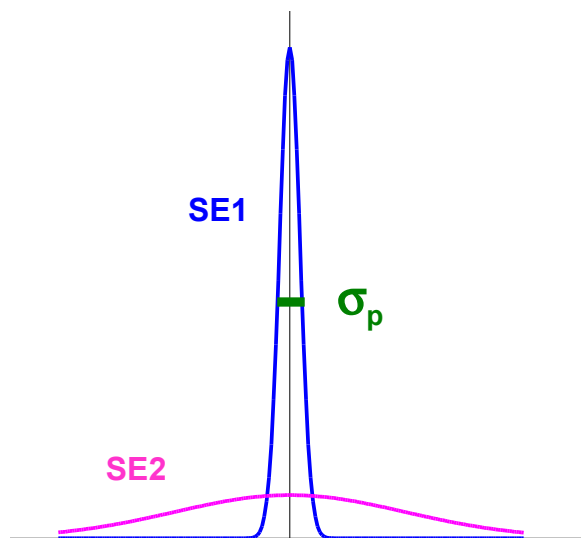
→ Il est résulte des développements particuliers chez chaque constructeur



Pourquoi une détection dans la colonne ne dégrade pas la résolution ?

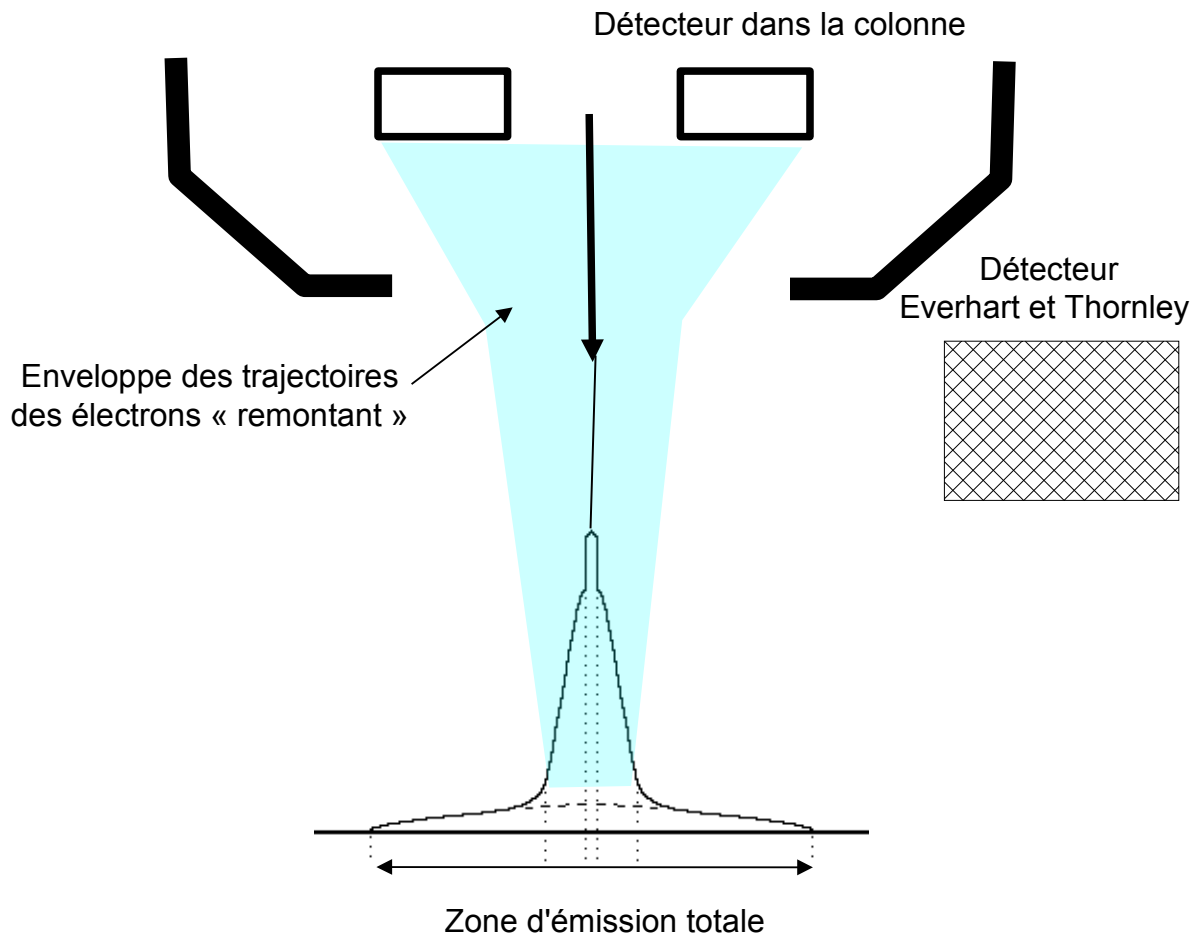
Amélioration de la résolution latérale apportée par un faible angle de collection

Courbes de distribution latérale
des émissions secondaires SE1 et SE2
(Modèle Gaussien)



A haute tension

Réf : Travaux de Jacques Cazaux
Journal of Microscopy (2004) p346



Adaptation des colonnes pour collecter les électrons émis dans la colonne

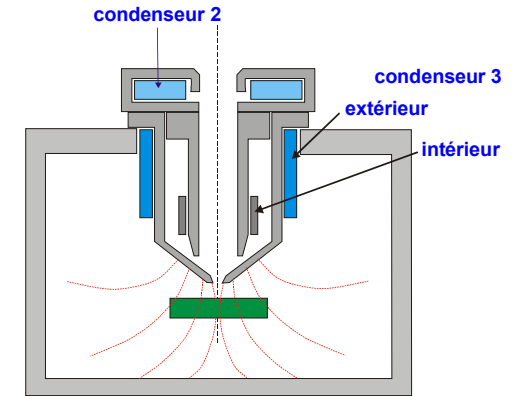
■ Faire baigner l'échantillon dans un champ magnétique

Lentille objectif de type Snorkel

Mode UHR - FEI

Lentille objectif à immersion

HITACHI



Doc FEI

■ Utilisation d'un champ électrique

→ Soit confiné dans la lentille objectif

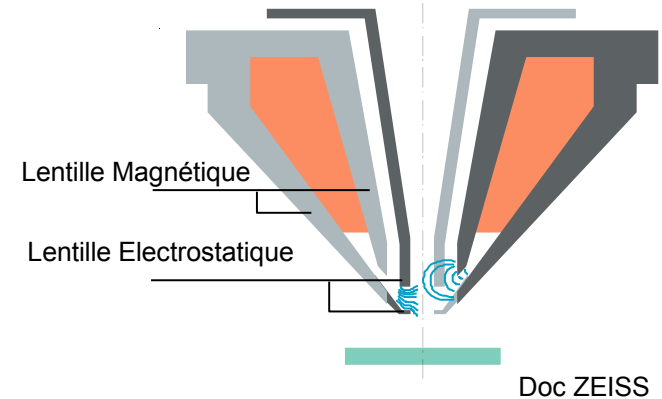
Présence d'une lentille électrostatique

ZEISS, TESCAN

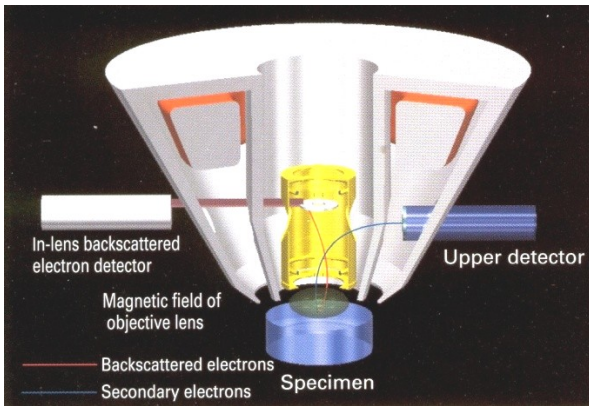
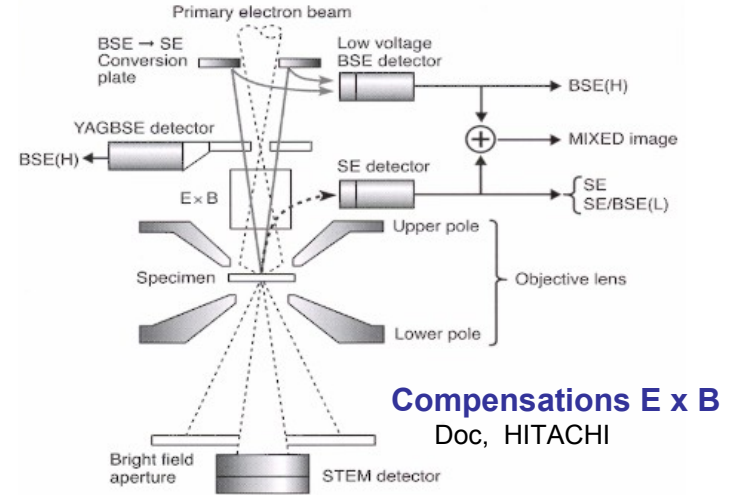
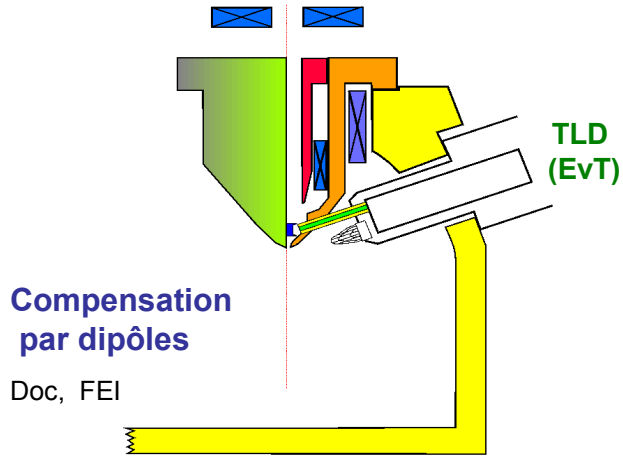
→ Soit créé entre la platine et la lentille objectif

On parle de décélération de faisceau

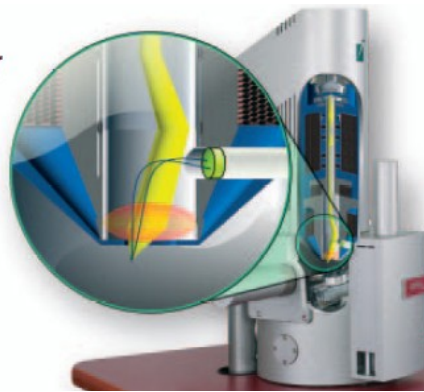
Gentle Beam (Jeol), Beam deceleration (Hitachi, FEI)



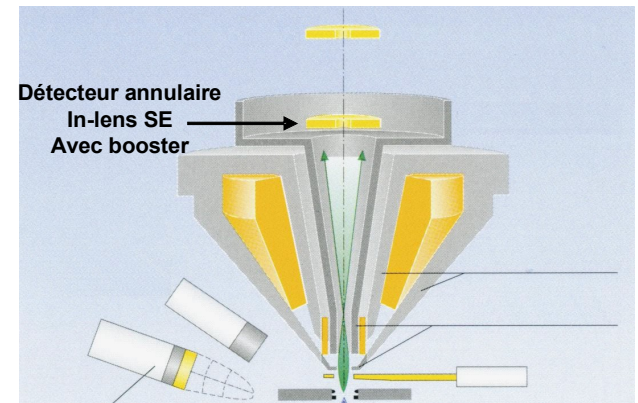
Exemple de différentes colonnes permettant la détection « dans la colonne »



Doc. JEOL



Doc. TESCAN



Doc, ZEISS

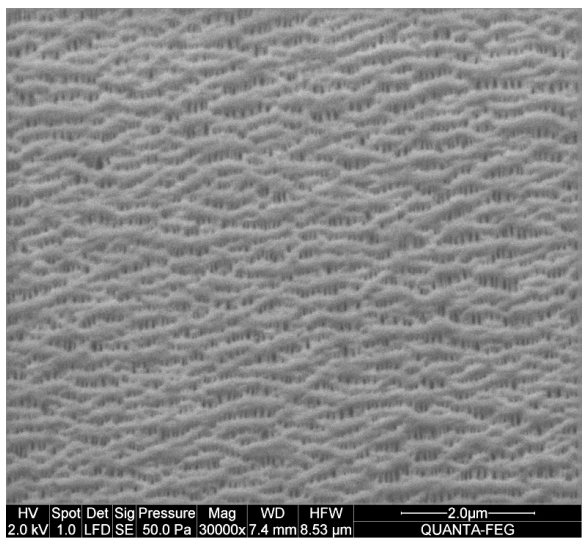
Les détecteurs dans la colonne peuvent être latéral ou annulaire

En majorité de type à scintillateur

Influence de l'angle solide de collection sur la vision des objets

« vue de coté »

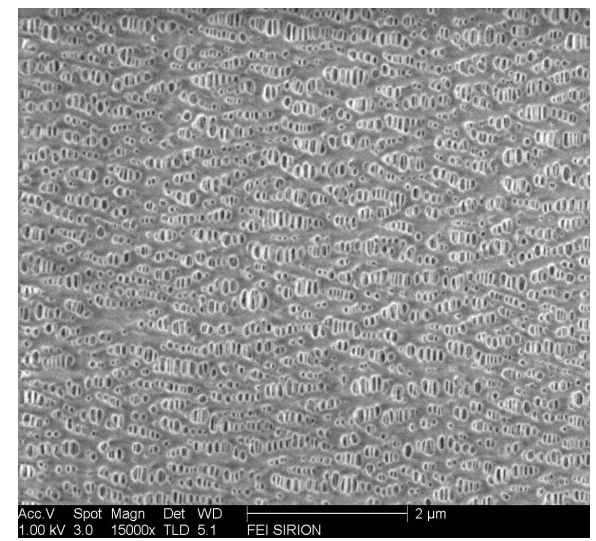
Détecteur latéral Everthart et Thornley



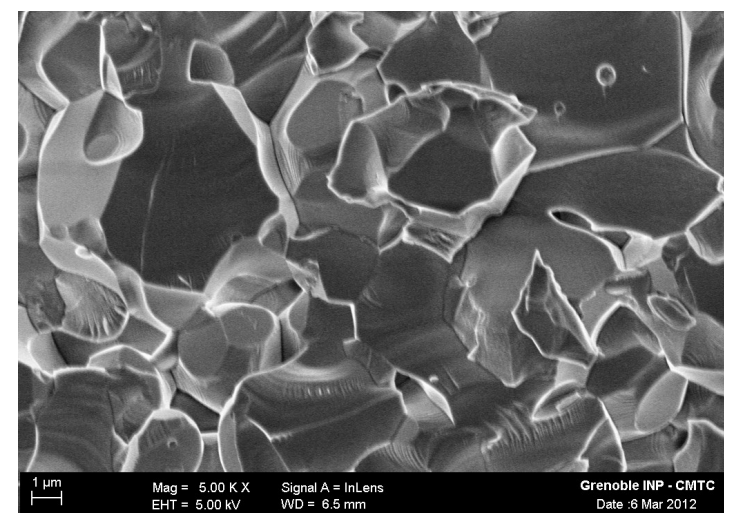
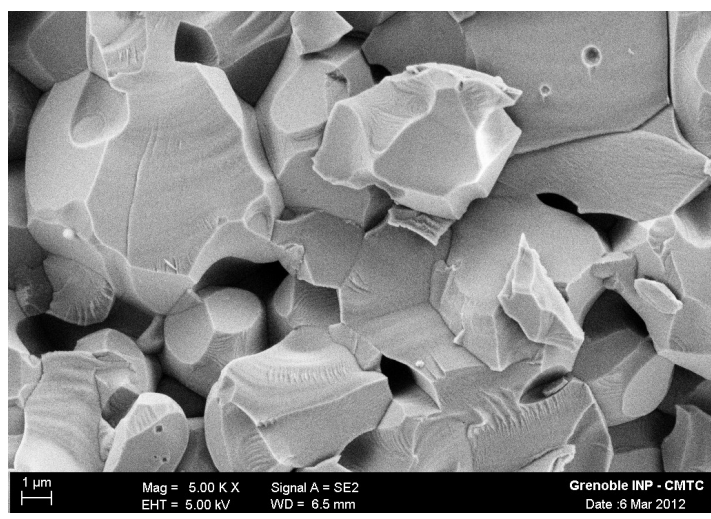
Membrane polymère

« vue de dessus »

Détecteur SE dans la colonne



Zircone frittée



« Ecrasement » de l'image
Perte de la perception des reliefs

Les images sont complémentaires

Influence du détecteur sur la qualité de l'image

Cas d'images obtenues dans un MEB FEG à 20 kV
Grandissement 20 kX (ref Polaroid)

Images F. Grillon

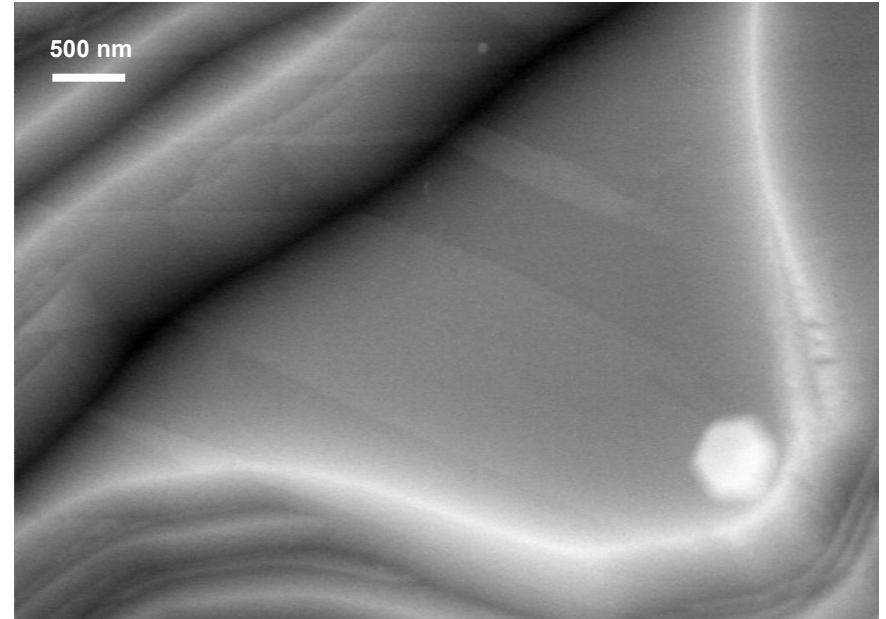
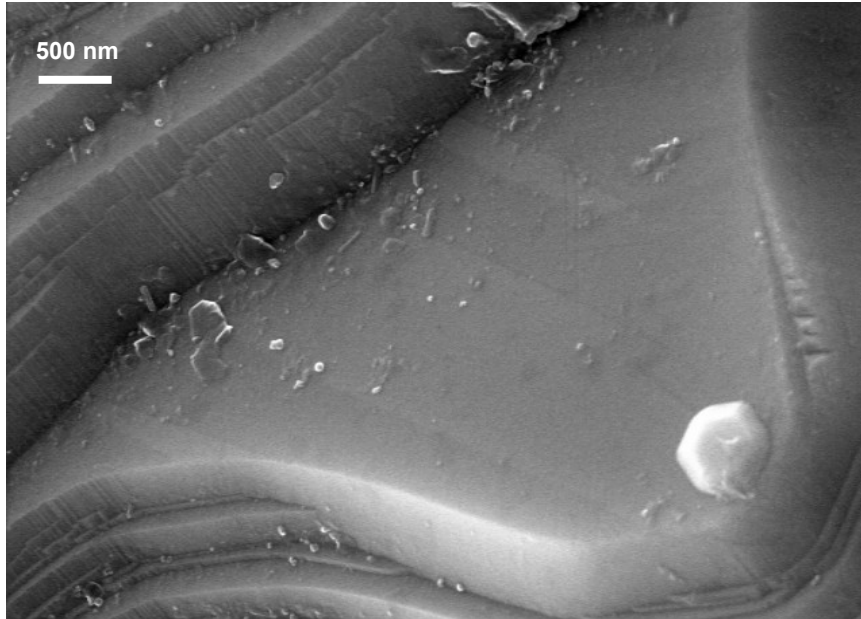


Image SE – Détecteur dans la colonne
Image constituée en majorité de SE1 et SE2

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

**Compétition entre les deux détecteurs : Influence de la distance de travail !
Rapport Signal/ bruit**

Amélioration de la topographie de surface : Prédominance de la détection des SE1 et des SE2

Le Filtrage des signaux SE et BSE

Un détecteur dans la colonne détecte tous les types électrons

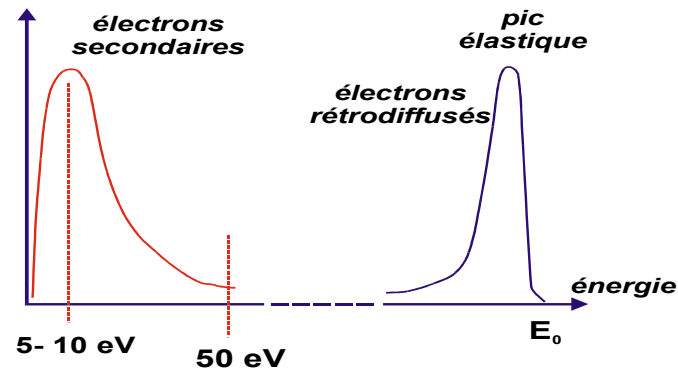
Il est nécessaire de discriminer le signal afin d'avoir une image
soit de topographie (SE)
soit de chimie (BSE)
ou soit mixte

Comment discriminer le signal ?

Par l'angle solide de collection

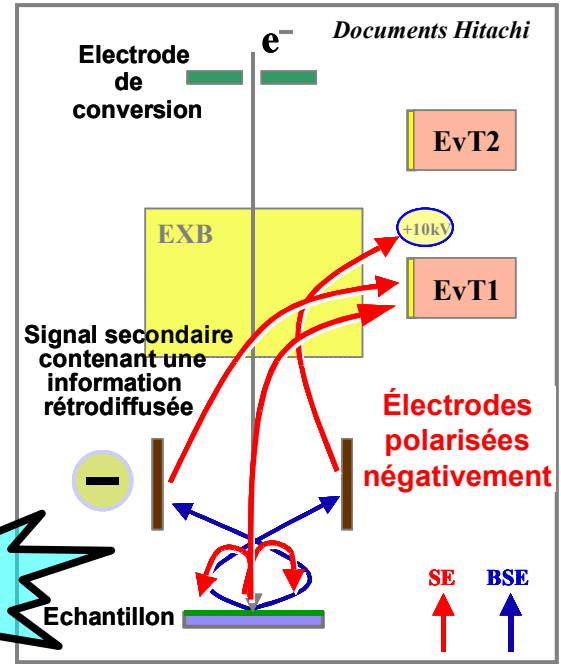
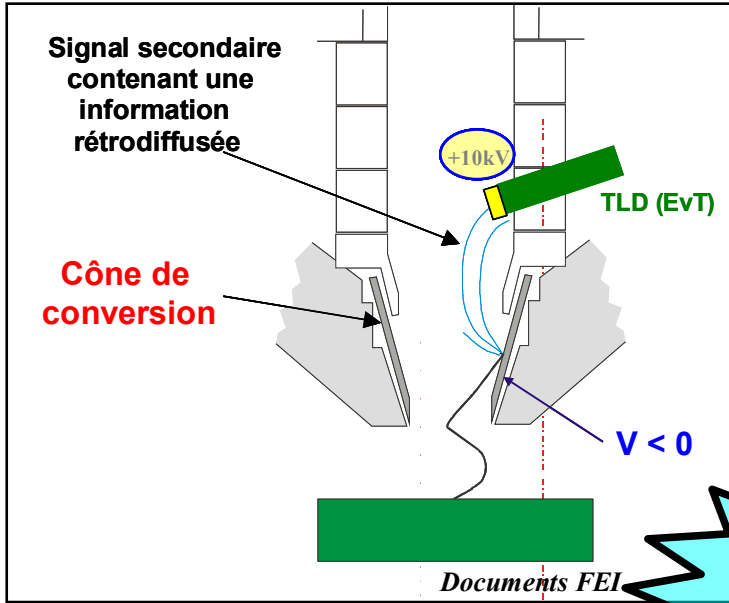
Position du détecteur dans la colonne

Par un filtrage en énergie

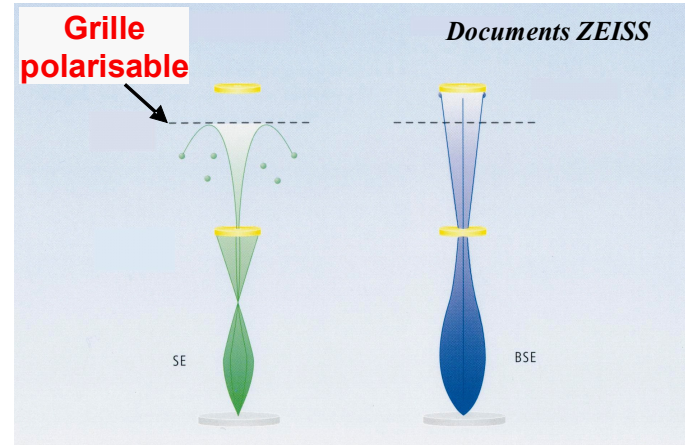
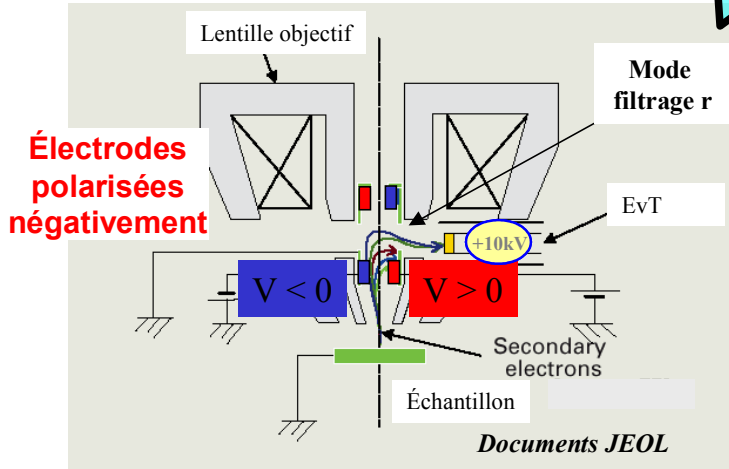


Grâce à des dispositifs astucieux dans la colonne, un seul détecteur dans la colonne peut faire une imagerie en SE ou en BSE

Différentes solutions pour discriminer les signaux

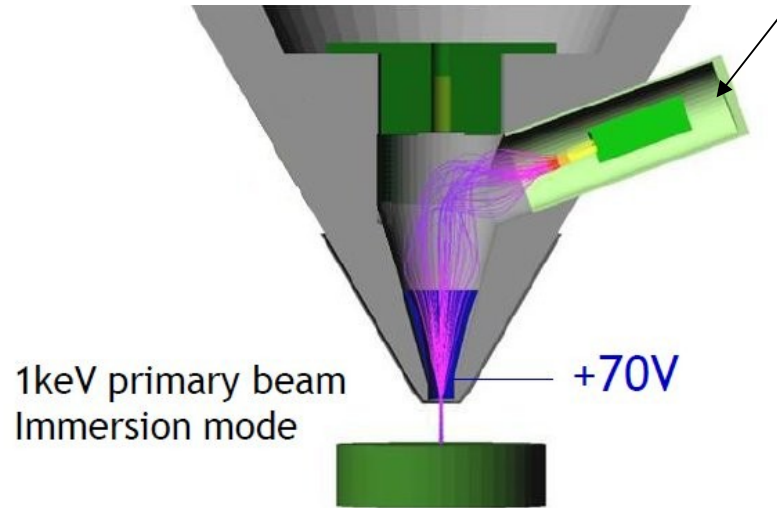


Brevets



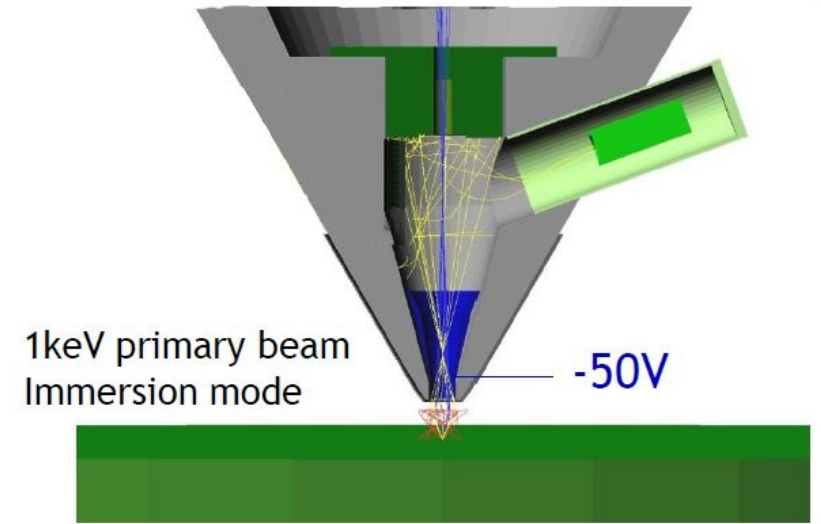
Détail des trajectoires électroniques

Détecteur dans la colonne
à travers la lentille



Mode Immersion actif

Image SE



Mode Immersion actif

Doc FEI - L. Roussel

Image BSE

Suivant la polarisation des plaques , une sélection du signal SE ou BSE est possible

Filtrage des signaux. Exemple

2 kV

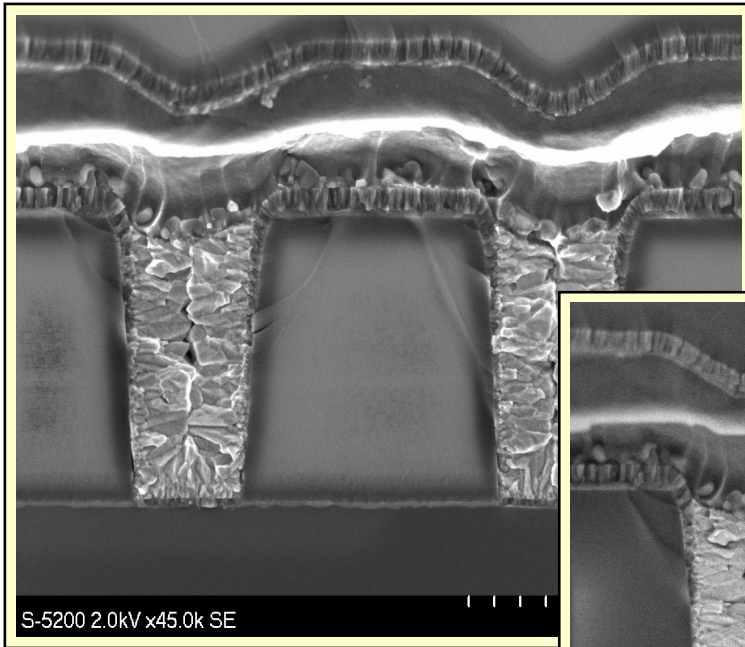


Image SE In-Lens

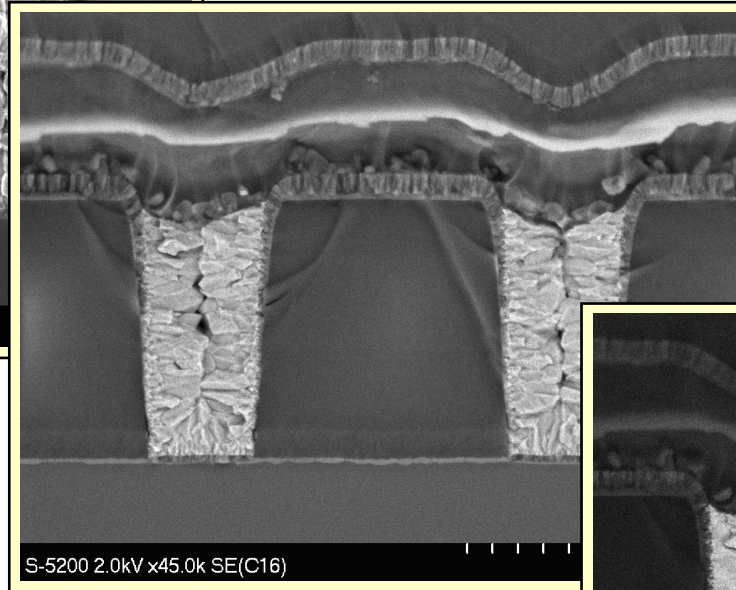
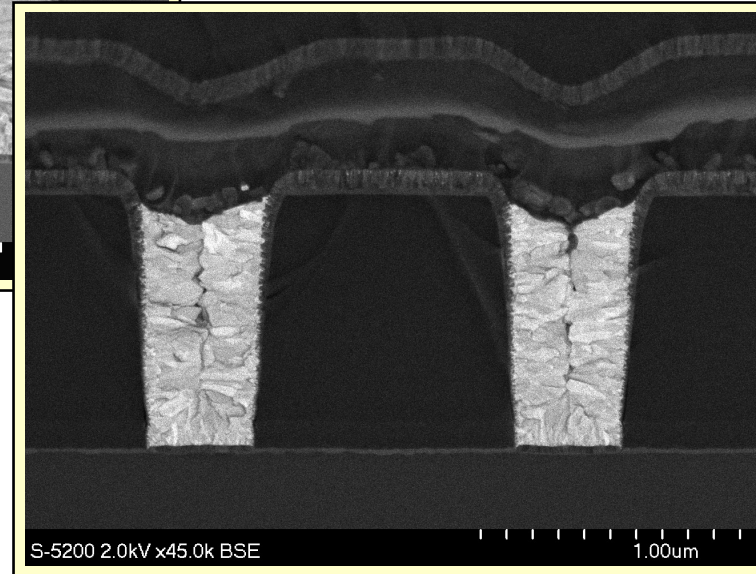
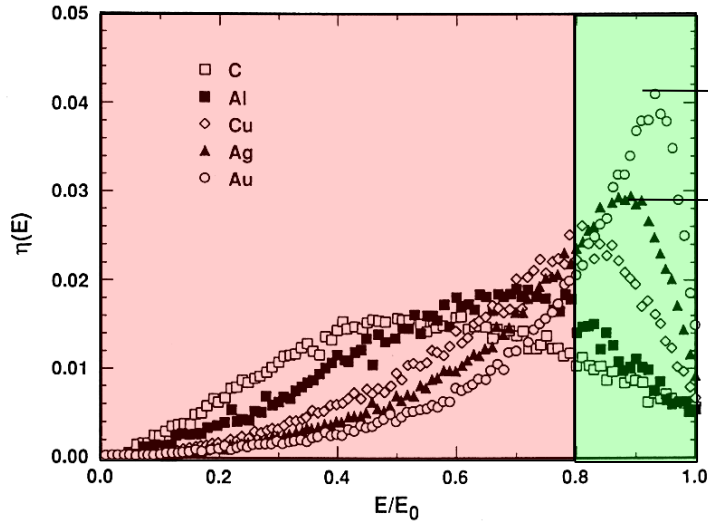


Image filtrée

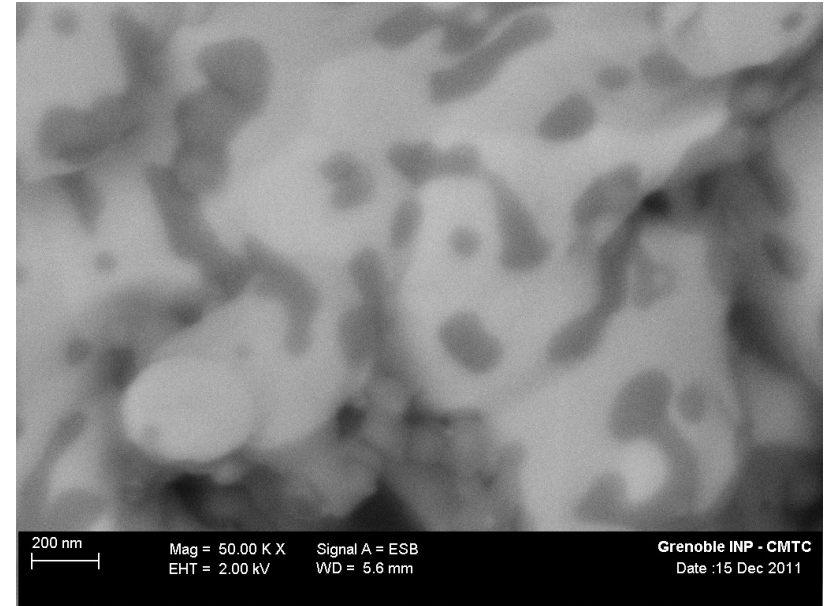


Images Hitachi

Avantage d'un filtrage des électrons rétrodiffusés

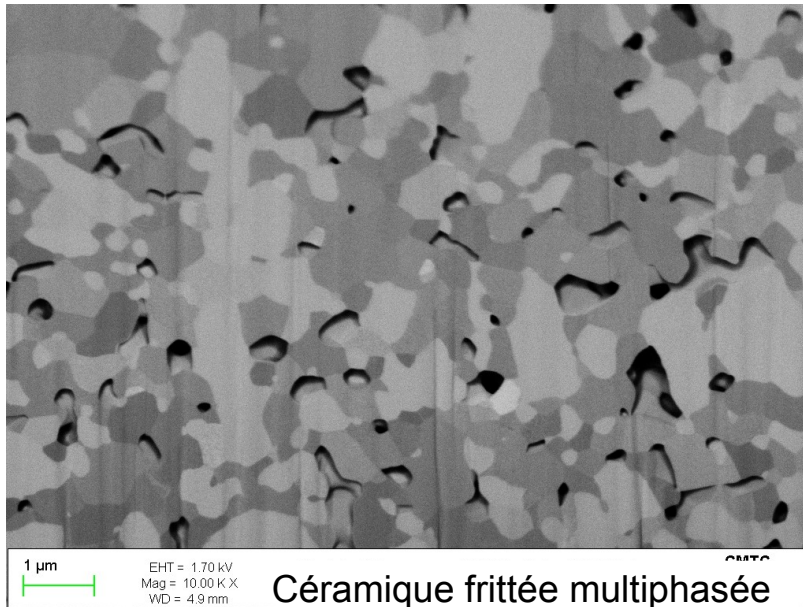


Maximum de contraste chimique



SiGe – Image basse tension et haute résolution

2 kV - G x50 kX



Céramique frittée multiphasée
(Zircone + Manganite de Lanthane)

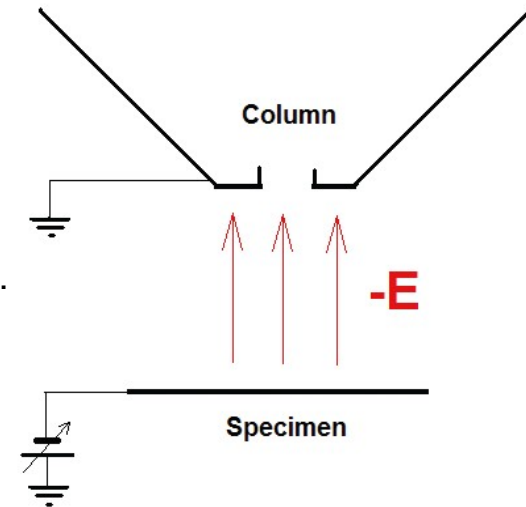
Apport de la décélération de faisceau dans la détection

La décélération de faisceau est principalement utilisée dans l'obtention d'images à basse tension, voire à très basse tension (quelques dizaines de Volt)

Une polarisation négative à l'échantillon est appliquée via la platine du MEB.

Les électrons primaires sortant de la colonne sont décélérés avant d'atteindre la surface de l'échantillon.

→ Energie d'atterrissage ou Landing Energy



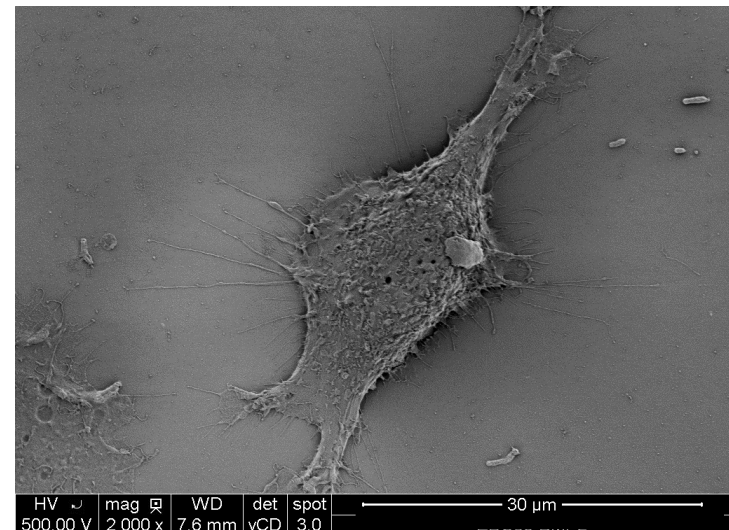
Les électrons émis par l'échantillon sont accélérés vers les détecteurs dans la chambre ou dans la colonne d'où

- un gain en signal à basse énergie
- un gain en résolution.

Fibre musculaire

Echantillon fragile

Tension d'atterrissage : 500 V

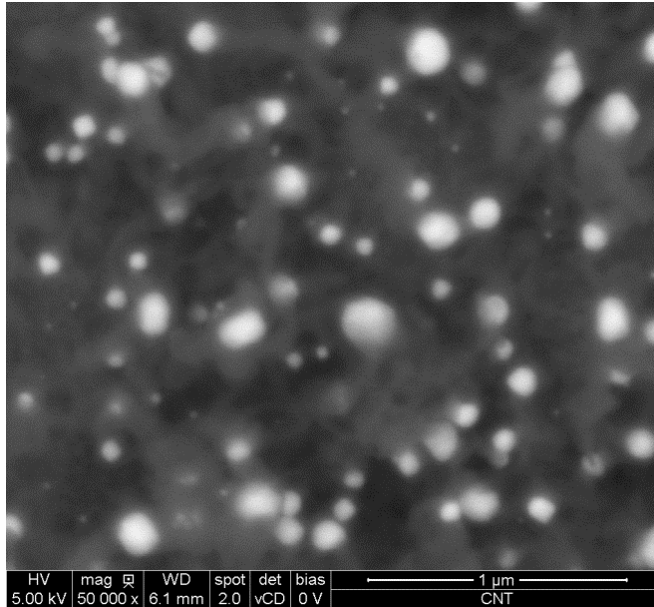


■ Apport dans la détection avec des détecteurs dans la chambre

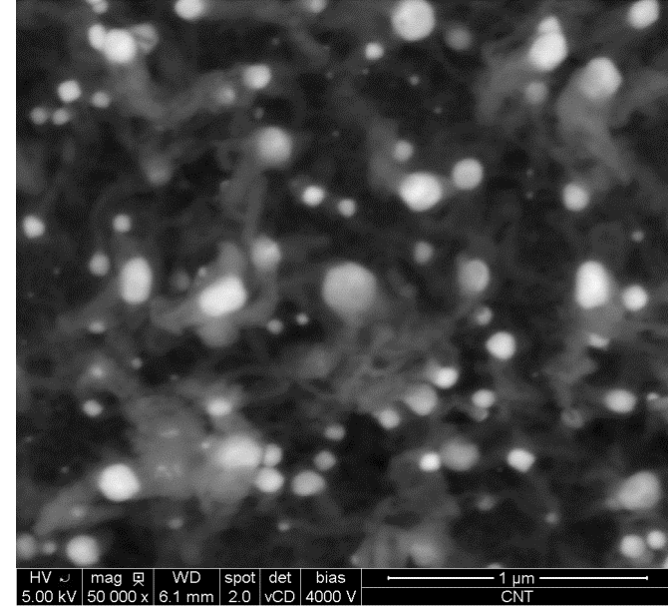
Nanotubes de carbone

Les deux images sont réalisées avec des électrons primaires de 5 keV

Détecteur BSE dans la chambre



SANS décélération de faisceau

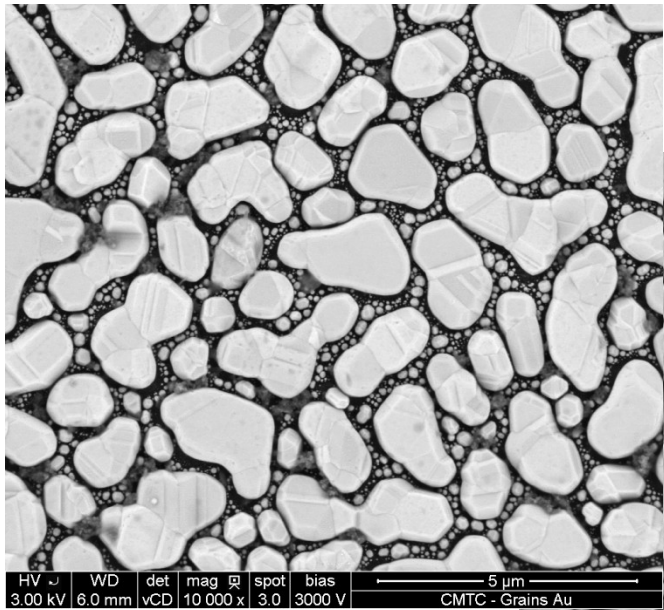


AVEC décélération de faisceau

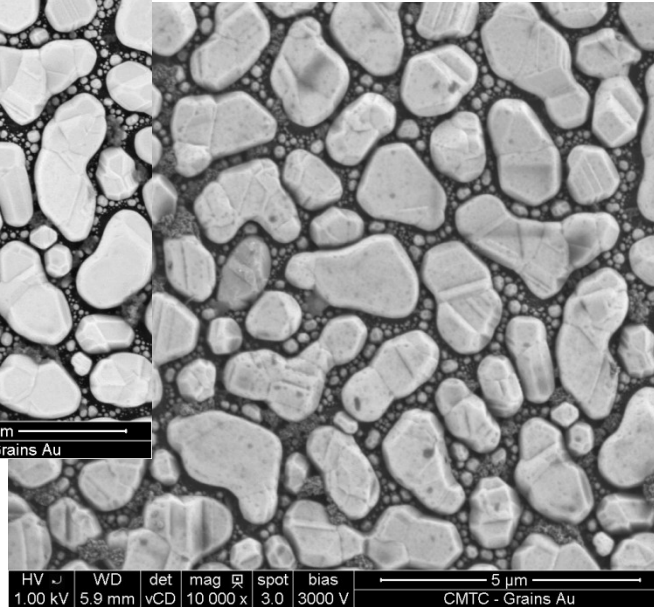
➔ Meilleur contraste dans l'image avec la décélération du faisceau

Augmentation du signal provenant des tubes en Carbone

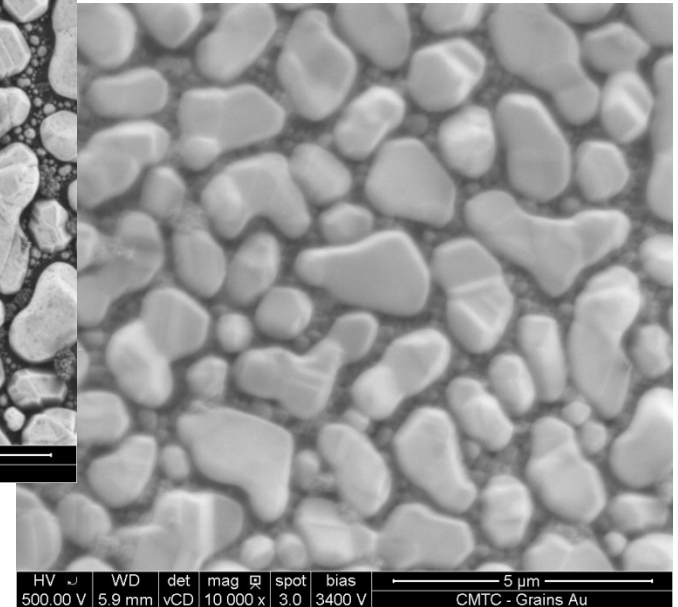
Images de grains d'or sur carbone avec un détecteur BSE et une décélération de faisceau



3 kV



1 kV



500 V

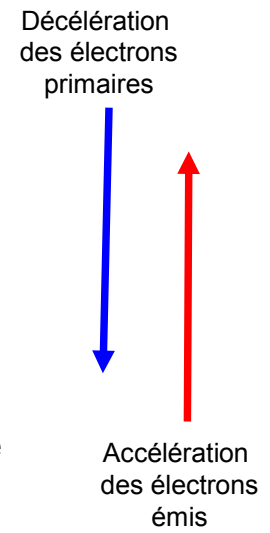
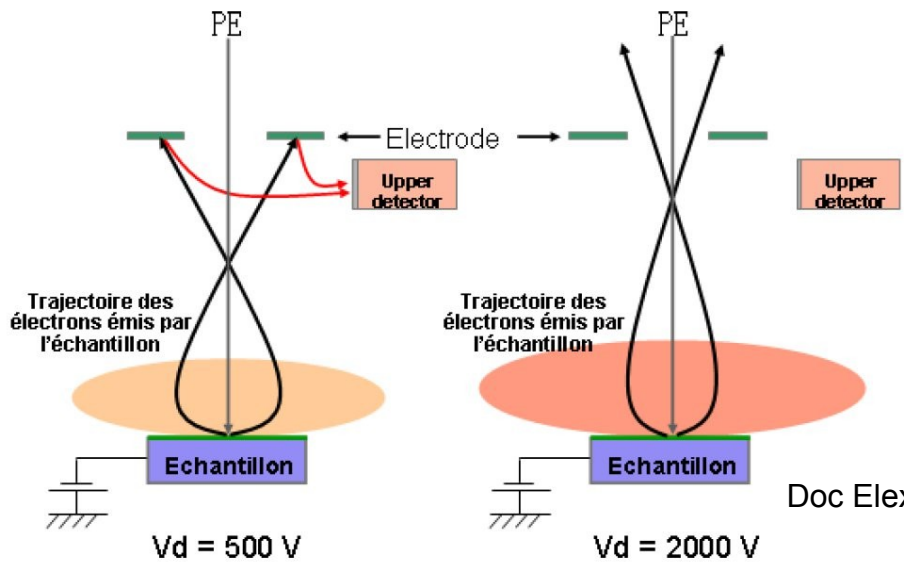
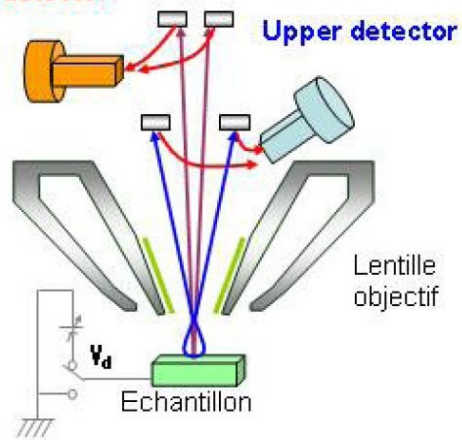
Possibilité d'obtenir des images à très basse tension

On remarque une perte du contraste chimique à très basse tension

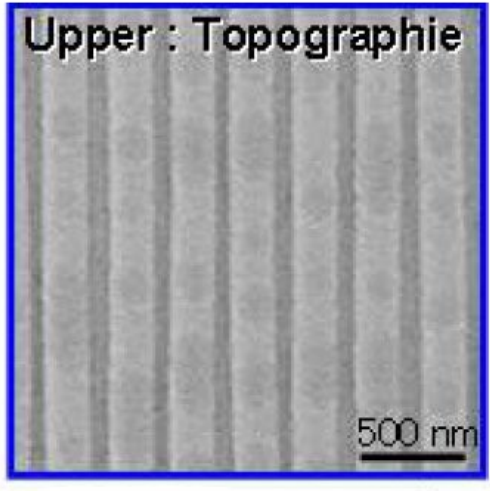
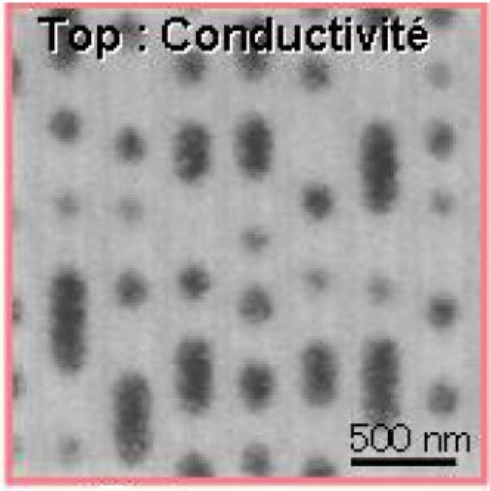
Il faut connaître l'émission des électrons en fonction du Z et de l'énergie pour expliquer les contrastes

■ Apport dans la détection avec des détecteurs dans la colonne

Top detector



En fonction de la polarisation V_d , la trajectoire des électrons émis varie



Permettant ainsi une détection dans la colonne à des positions différentes

Et donc à une discrimination des signaux émis

Observation d'un disque Blu-Ray

Doc Elexience

MERCI de votre attention

Références	Microscopie électronique à balayage et Microanalyses, EDP Sciences Présentation des Journées du Gn-MEBA, décembre 2010
Crédit image	CMTC, F. Roussel, F Grillon,
Schéma principe	Fournisseurs de microscope