

ECOLE D'ETE GN-MEBA

Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses



De l'électron à l'image:

Formation et optimisation de l'image en microscopie électronique à balayage

Alain Jadin

Certech, B-7180 Seneffe

Organisation :



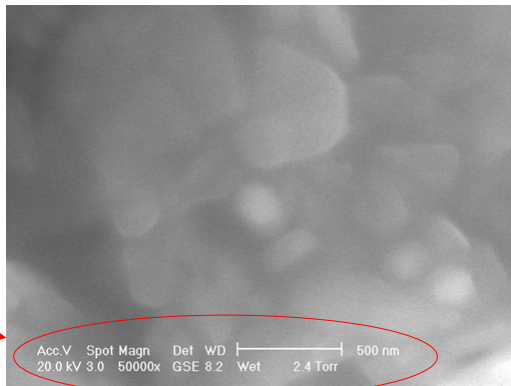
Supports techniques :



Autres supports :




Objectif : obtenir une image représentative d'un échantillon



Est-il possible d'obtenir mieux? Pourquoi?



- 
- Examiner les images avec un sens critique
 - Connaître l'effet des paramètres opératoires
 - Connaître l'échantillon et le microscope

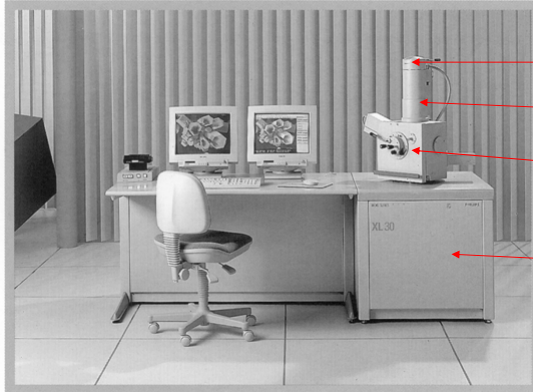


Plan

- Principe de formation de l'image en MEB
- Types de contraste et volume d'interaction
- Paramètres de création de l'image MEB
- Mise en forme et enregistrement
- Optimisation de l'image: choix des paramètres
- Incidence sur la résolution et le rapport S/B, ...



Microscope électronique à balayage



Canon à électrons

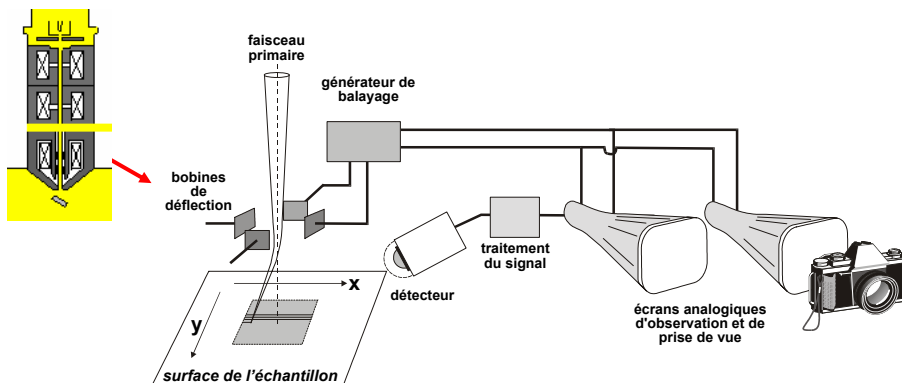
Colonne

Chambre d'analyse

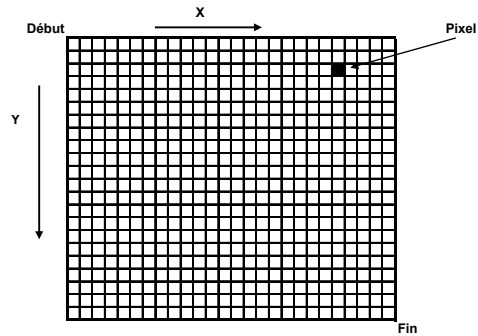
Pompes



Formation de l'image dans un MEB



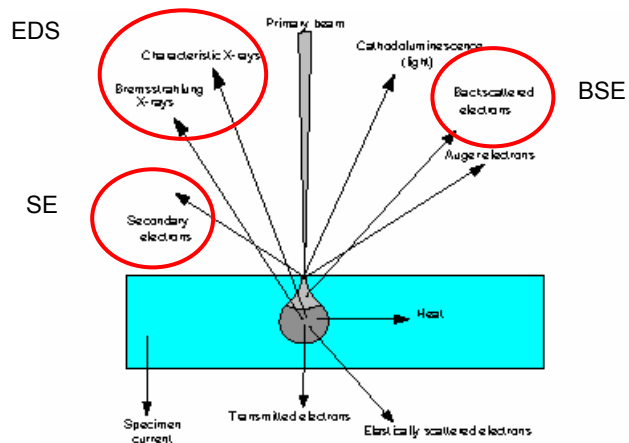
Balayage de la surface



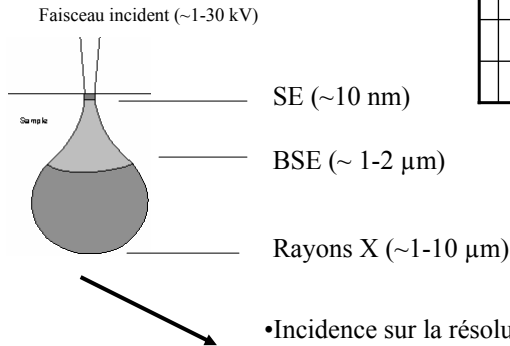
- MEB analogique: balayage continu
- MEB numérique: matrice de points



Interaction électrons-matériau



Volume d'interaction



	10 kV	20 kV	30 kV
C	1,2	4,0	8,1
Al	1,0	3,4	6,7
Ti	0,6	2,0	4,0
Fe	0,4	1,2	2,3
Ag	0,3	0,9	1,7
Au	0,1	0,5	0,9

Hauteur de la poire d'interaction (μm)

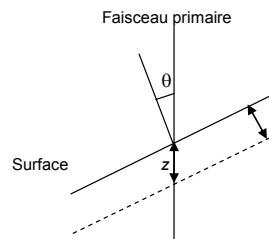
- Incidence sur la résolution effective
- Précautions lors des comparaisons SE/BSE/EDS



Contraste topographique



Électrons secondaires (SE)

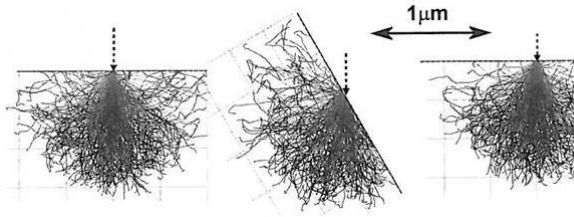


$$I(\theta) = \frac{I(0)}{\cos \theta}$$

Le *contraste topographique* apparaît suite aux variations locales de l'angle θ . Une augmentation de θ provoque un accroissement de la production d'électrons secondaires, lié à l'allongement du parcours (z) du faisceau primaire dans la couche d'échappement des électrons secondaires (d'épaisseur l).



Contraste topographique

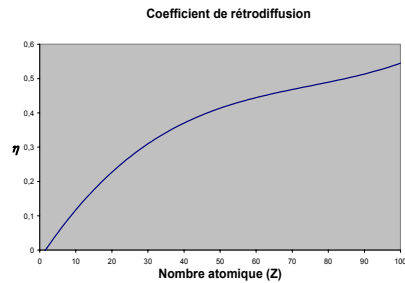
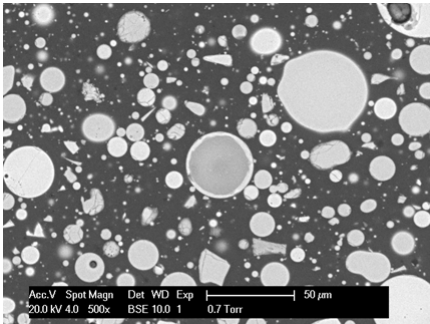


Le volume d'interaction est *plus en contact avec une surface libre*.

Lié à la tension d'accélération



Contraste chimique

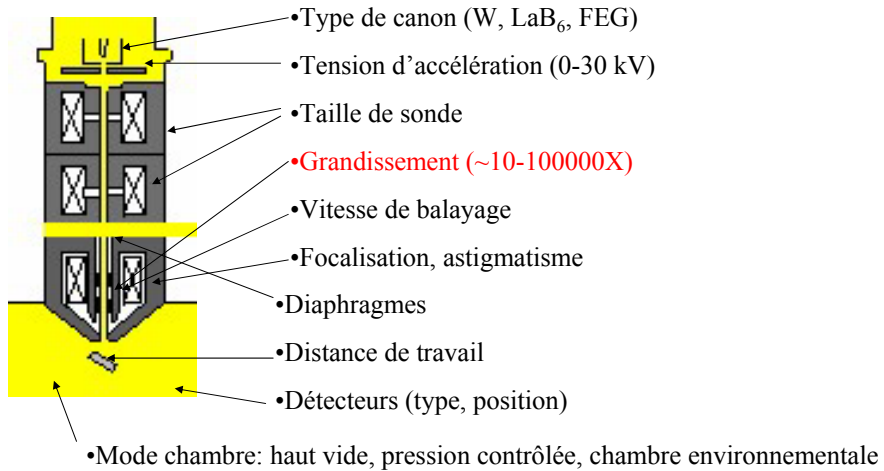


$$\eta = -0,0254 + 0,016Z - 0,000186Z^2 + 8,3 \times 10^{-7} Z^3$$

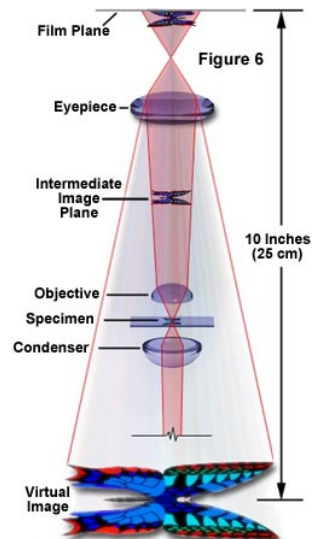
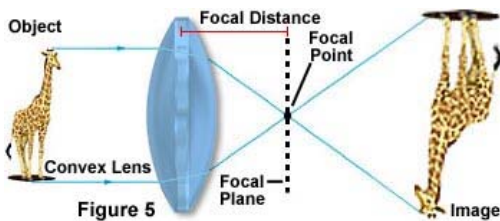
Électrons rétrodiffusés (BSE)



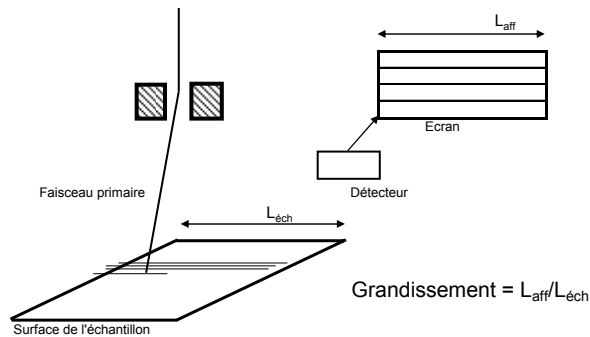
Paramètres de création de l'image



Grandissement



Grandissement



Grandissement

- Sélectionné en faisant varier la longueur $L_{éch}$ du balayage sur l'échantillon (excitation des bobines de déflexion), pour une longueur L_{aff} fixée.

- La valeur du grandissement *réel* dépend de la taille de l'affichage (photo, écran, imprimante).

- Exemple: grandissement « photo », correspondant au format « Polaroid » 4x5 pouces, soit 9 x 12 cm.

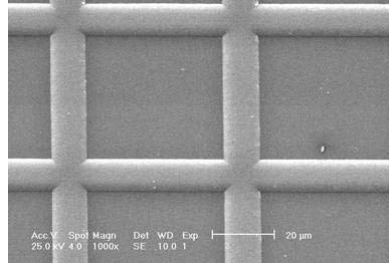
- Grandissement **minimal** : fixé par l'amplitude maximale du balayage sur l'échantillon.

- Grandissement **maximal** : lié à la possibilité de balayer une très petite longueur. **Limité par la résolution effective.**

Grandissement

Le grandissement affiché permet d'estimer la taille d'objets microscopiques.

À condition qu'il soit étalonné et vérifié.



réseau comportant 19,7
lignes par mm



Paramètres de mise en forme et d'enregistrement de l'image

- MEB analogique: balayage continu sur CRT
- MEB numérique: l'image consiste en un ensemble de coordonnées (X, Y, I) , où I est l'intensité du signal fourni par le détecteur en chaque point du balayage
 - Enregistrement dans un fichier informatique
 - **Définition** de l'image: nombre de coordonnées (X, Y) , p.ex. 512x512, 600x800, etc.



Paramètres de mise en forme et d'enregistrement de l'image

- « Pixels »: éléments individuels de l'image
- Taille du pixel : $L_{\text{éch}}/N$ pour N points/ligne
- Résolution théorique: taille du pixel (p.ex. 3 nm à 100000x, 1024 pixels/ligne, $L_{\text{aff}}=30\text{cm}$)
- Enregistrement: analogique (photo) ou numérique (codage)



Enregistrement numérique: codage

- Codage en n bits : 2^n niveaux de gris
- $n = 8, 12$ ou 16 : 256 à 65536 niveau de gris
- image en niveaux de gris: tableau de chiffres dont les coordonnées (X,Y) des cellules seront celles du balayage
- cellules du tableau : chiffres compris entre 0 et 255... 0 à 65535 → images *matricielles* (ou bitmap)
- niveau de gris minimum (valeur 0) : zones noires
- niveau de gris maximum (255 ...) : zones blanches
- Distribution des niveaux dans l'image: histogramme
- Formats d'enregistrement: BMP, TIFF, JPEG, GIF, PNG, ...



Codage numérique (8 bits)

Tableau et histogramme

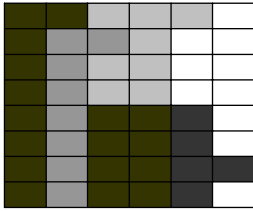
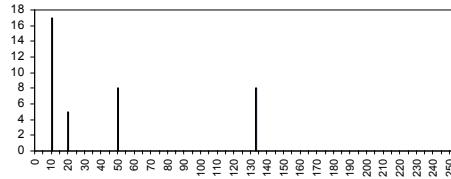


Image (détail)

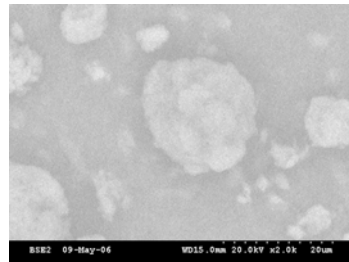
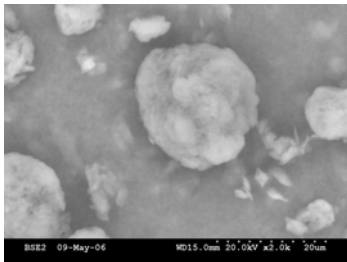
X/Y	1	2	3	4	5	6
1	10	10	133	133	133	255
2	10	50	50	133	255	255
3	10	50	133	133	255	255
4	10	50	133	133	255	255
5	10	50	10	10	20	255
6	10	50	10	10	20	255
7	10	50	10	10	20	20
8	10	50	10	10	20	255



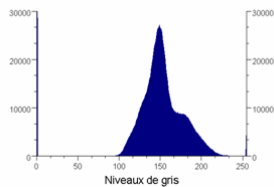
histogramme



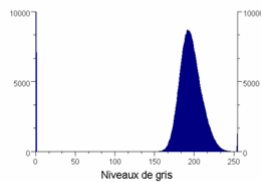
Codage numérique (8 bits)



Histogramme



Histogramme

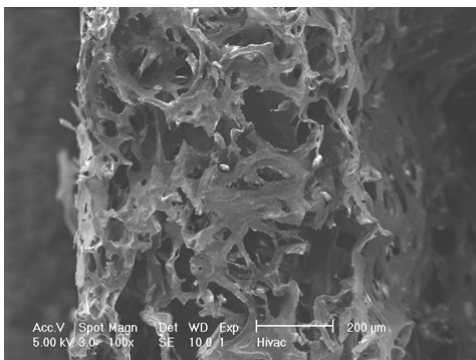


Optimisation de l'image MEB: Type de canon et mode chambre

- Canon tungstène (W): plutôt à grandissement modéré
- Canon à émission de champ (FEG): haute résolution, densité de courant élevée, observation à basse tension
- Chambre sous haut vide (*vide secondaire*): échantillons conducteurs (ou revêtement métallique, ou basse tension) et déshydratés
- Pression contrôlée ou chambre environnementale: échantillons isolants ou hydratés, pas de revêtement métallique



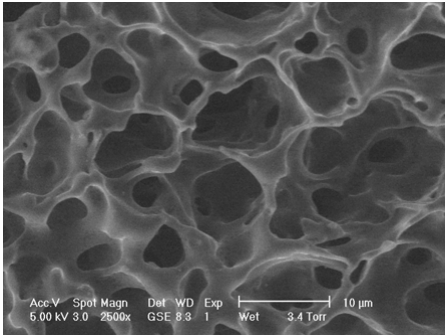
Optimisation de l'image MEB: Type de canon et mode chambre



Structure interne d'une éponge cellulosique, observée sous **haut vide** à basse tension (FEG). La structure de l'échantillon est complètement détruite.



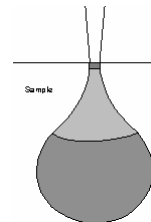
Optimisation de l'image MEB: Type de canon et mode chambre



Structure interne d'une éponge cellulosique, observée en **chambre environnementale** à basse tension (FEG). La structure de l'échantillon est intacte.



Optimisation de l'image MEB: Tension d'accélération



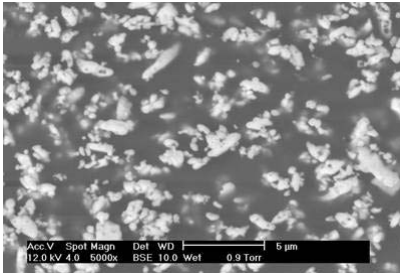
- Effet sur la résolution spatiale (éléments légers surtout)
- Effet sur le rapport signal/bruit
- Dégradation des échantillons fragiles
- Basse tension: échantillons isolants (FEG)
- Effet sur l'analyse EDS

→ paramètre à ajuster!

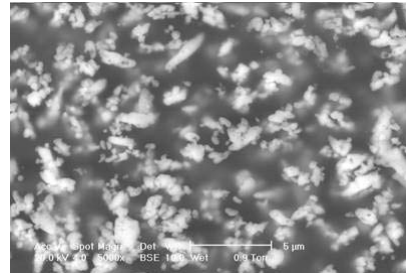
	10 kV	20 kV	30 kV
C	1,2	4,0	8,1
Al	1,0	3,4	6,7
Ti	0,6	2,0	4,0
Fe	0,4	1,2	2,3
Ag	0,3	0,9	1,7
Au	0,1	0,5	0,9



Optimisation de l'image MEB: Tension d'accélération



12 kV, BSE



20 kV, BSE

Effet de la tension d'accélération sur la « profondeur d'observation » :
l'échantillon paraît plus « transparent » à plus haute tension

→ comparaison des images SE, BSE, EDS

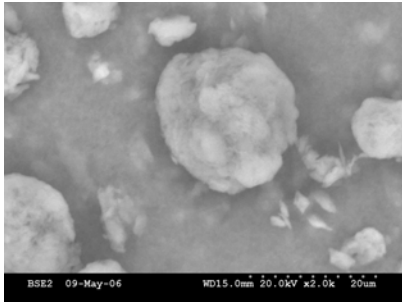


Optimisation de l'image MEB: Diaphragmes

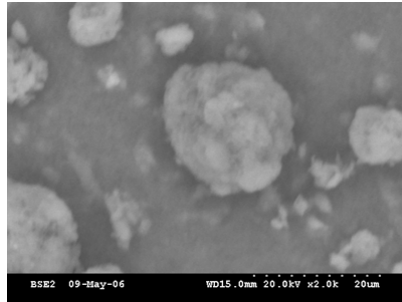
- Rôle : éliminer les électrons du faisceau les plus éloignés de l'axe optique, afin de limiter l'effet des aberrations des lentilles
- Ouvertures typiques : 30 à 100 µm pour l'imagerie (valeurs plus élevées utilisables pour la microanalyse)
- Effet sur l'angle de convergence du faisceau, et donc sur la profondeur de champ
- Effet sur l'intensité du signal, donc sur le rapport signal/bruit



Optimisation de l'image MEB: Diaphragmes



Diaphragme 50 µm



Sans diaphragme

Taille de sonde identique, canon à filament tungstène.



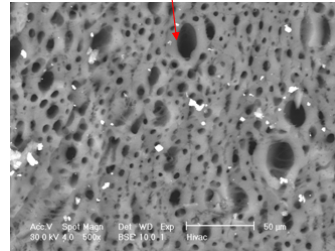
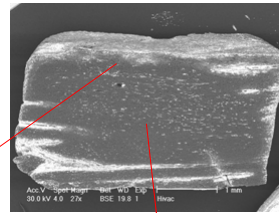
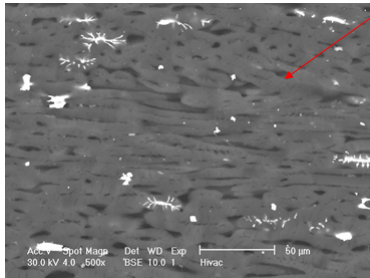
Optimisation de l'image MEB: Choix du grandissement

- A adapter à la taille des détails à visualiser.
- Limite supérieure *raisonnable* fixée par la **résolution effective** de l'imagerie.
- Une observation préalable et systématique à faible grandissement permet de juger de la **représentativité**.



Optimisation de l'image MEB: Choix du grandissement

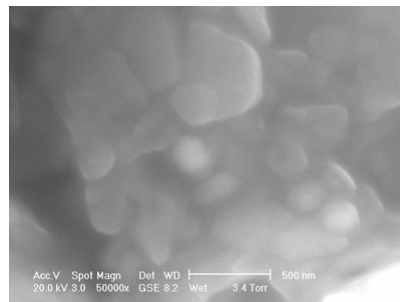
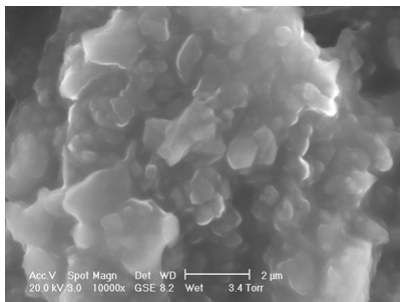
Une image à faible grandissement (électrons rétrodiffusés) montre que l'échantillon est très inhomogène



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Choix du grandissement

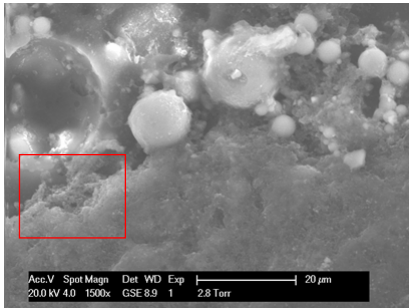


Images SE sur la même zone d'un échantillon : un grandissement supérieur n'apporte pas d'information supplémentaire (*effet de flou lié à la résolution effective*).

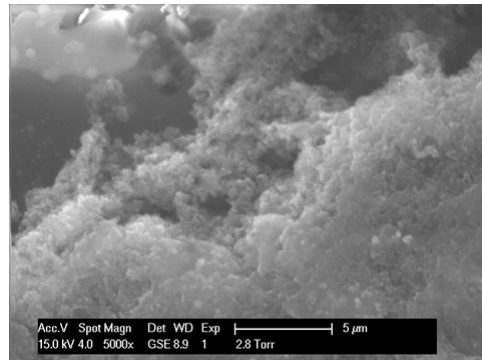
Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Choix du grandissement



Résolution suffisante et détails
présents pour grandissement
élevé



Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- Le balayage par le faisceau primaire fournit un signal électrique (S) qui varie en fonction de la position.
- Détail morphologique en cours de balayage :
$$\text{Contraste} = \Delta S / S$$
- Le signal S peut également subir des variations statistiques (fluctuations du courant de faisceau, du rendement de l'émission par l'échantillon,...).
- Présence de bruit dans l'image, caractérisée par un rapport signal/bruit.



Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- On considère que ΔS doit être au moins 5 fois plus élevé que les fluctuations provenant du bruit.
- S est proportionnel au nombre n d'électrons émis et le bruit est proportionnel à \sqrt{n}
- → critère sur C (contraste) et n :

$$C \geq 5 \frac{\sqrt{n}}{n} \quad n_{\min} = \frac{25}{C^2}$$



Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- Dans le cas d'une image comportant 10^6 pixels, balayée en un temps τ , le courant de faisceau devra atteindre une valeur seuil I_{\min} pour observer un détail caractérisé par un contraste C :

$$I_{\min} = 4 \times 10^{-12} \frac{1}{C^2 \tau}$$

- Pour un détail présentant un contraste C faible, le courant de faisceau devra être important, ou le temps d'acquisition τ devra être relativement long (balayage lent).



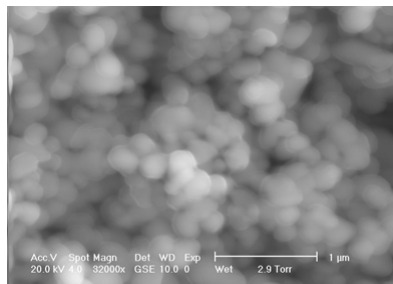
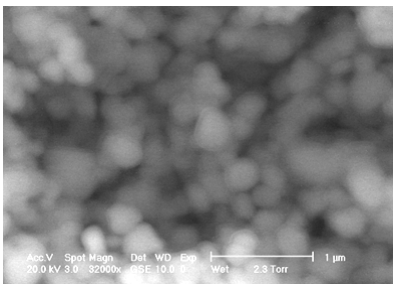
Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- Le rapport signal/bruit (S/B) est fortement lié à la brillance de la source, β (densité de courant par unité d'angle solide).
- β dépend du type de canon et de la tension d'accélération. (β peut varier d'un facteur 10^3 entre un canon W et un FEG pour une même tension d'accélération).



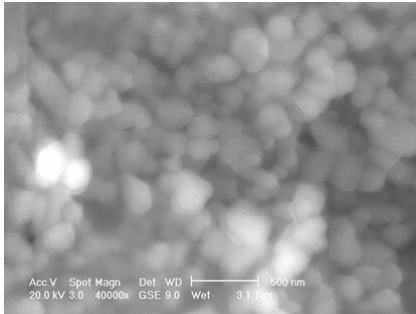
Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- Effet de la taille de sonde: images de TiO_2 sur MEB-FEG (à droite: taille de sonde supérieure).

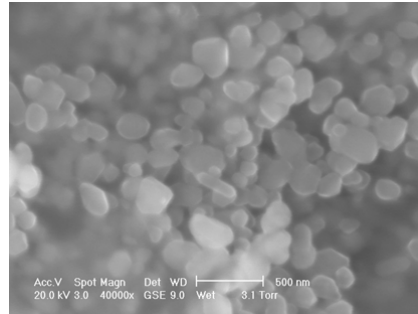


Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

- Effet du diamètre du diaphragme à taille de sonde identique (TiO₂ sur MEB-FEG)



30 µm



100 µm

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

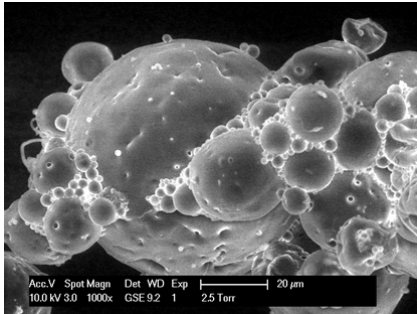
- A faible brillance ou faible taille de sonde, amélioration possible du rapport S/B en réduisant la vitesse de balayage (augmentation de τ).
- Vitesse rapide pour la visualisation, vitesse lente pour l'acquisition d'image.
- Pour un échantillon trop fragile pour supporter un balayage lent : accumulation du signal ou moyenne sur balayages successifs.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



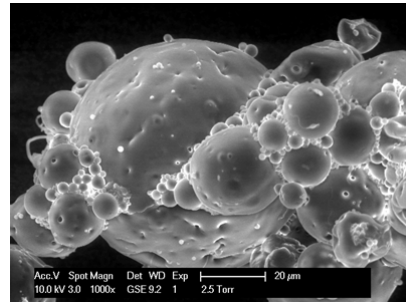
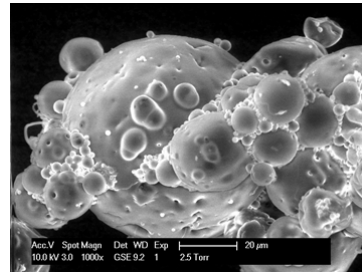
Optimisation de l'image MEB: Rapport signal/bruit

1 balayage lent



1 balayage rapide

Accumulation 8
balayages rapides



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Résolution



Effet de la taille de sonde (d): limite ultime de la résolution

- Canon W: réduction de taille de sonde indispensable à haut grandissement (avec chute du courant), incidence sur le rapport S/B
- FEG: taille de sonde faible, courant élevé, résolution supérieure, travail à haut grandissement facilité

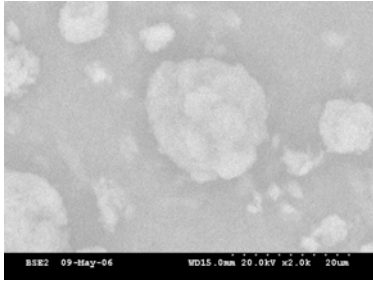
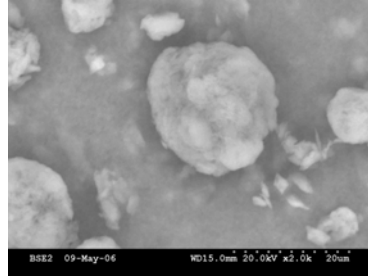
Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



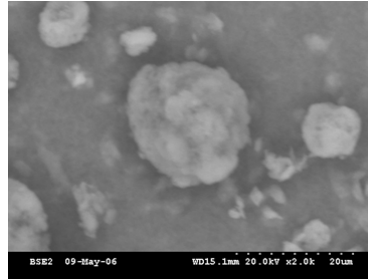
Optimisation de l'image MEB: Résolution

- Trouver un compromis dans le choix de la **taille de sonde** (résolution effective suffisante, rapport signal/bruit acceptable)
- Obtenu pour l'image (a)
- Surtout pour un canon W

(a)



(b)

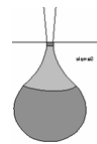


(c)

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Résolution



Influence du type de détection et du volume d'interaction

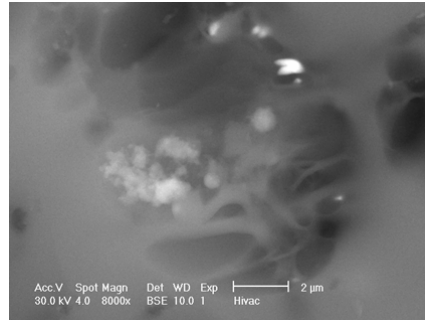
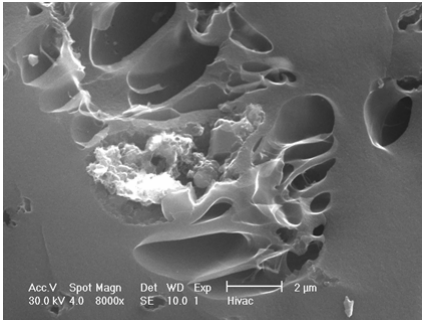
- Volume d'interaction: lié à la tension d'accélération et aux éléments présents.
- SE, BSE, EDS: le choix du détecteur influence la **résolution effective** de l'imagerie.
- Meilleure résolution en SE, la moins bonne en EDS.
- BSE: images plus floues à haut grandissement.

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Résolution

- Observation SE/BSE d'un échantillon organique à grossissement relativement élevé

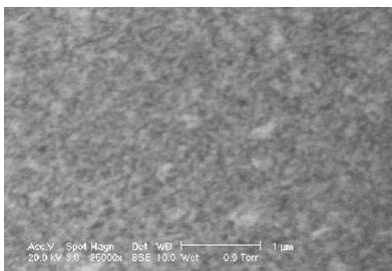


Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

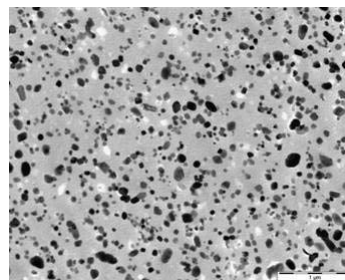


Optimisation de l'image MEB: Résolution

Dispersion de très fines particules de BaSO_4 (~ 50 nm)



MEB

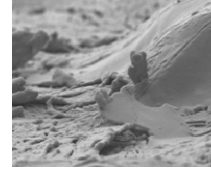
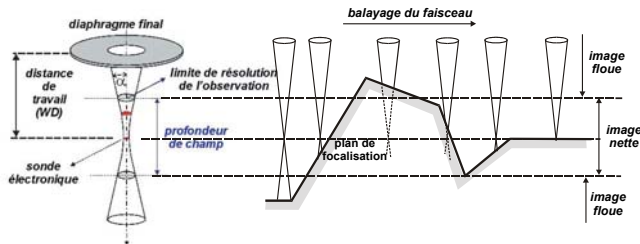


TEM sur coupe ultra-mince (<100 nm)

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Optimisation de l'image MEB: Profondeur de champ



La focalisation n'est plus assurée lorsque le faisceau est assez large pour recouvrir plusieurs pixels (R/M).

$$D \approx \frac{2R}{\alpha M}$$

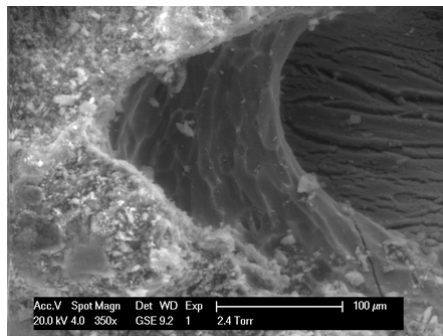
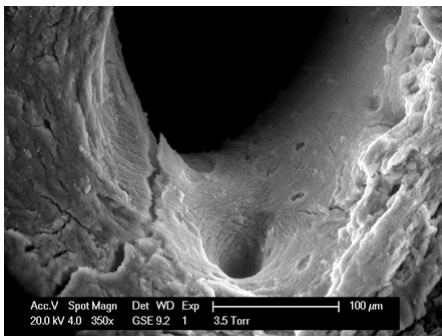
$$\alpha \approx \frac{R_d}{WD}$$

Pour M fixé, D maxi pour R_d faible et WD élevée.

Exemple: $M=1000X$, $R_d=50 \mu\text{m}$, $WD=10 \text{ mm}$, $D=40 \mu\text{m}$



Optimisation de l'image MEB: Profondeur de champ



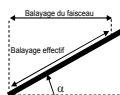
Images obtenues avec un petit diaphragme



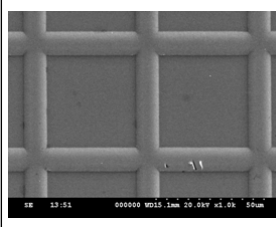
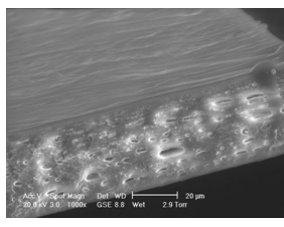
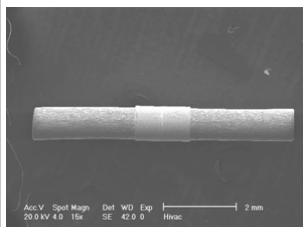
Optimisation de l'image MEB: Distorsion

Système de balayage
 $X = WD \tan \theta$
(distance à l'axe optique)

Inclinaison de
l'échantillon



Distorsions
« pathologiques »



Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012



Merci de votre attention



 certech
centre de ressources technologiques en chimie

Ecole d'été GN-MEBA - Lille 2012

