

# ECOLE D'ETE GN-MEBA

## Microscopie Electronique à Balayage et Microanalyses

### Microscopie double faisceau MEB/FIB

David Troadec

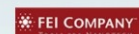
Institut d'Électronique de Microélectronique et de Nanotechnologie

Organisation :



GEOSYSTEMES

Supports techniques :



SYNERGIE<sup>4</sup>



Autres supports :



# Plan de l'exposé

---

## I. Présentation de l'appareil

- Vue d'ensemble
- Pourquoi un double faisceau MEB/FIB

## II. Colonne Ionique

- Source d'ions
- Lentilles
- Diaphragmes
- Balayage
- Détecteurs

## III. Interactions ion-matière et applications

- Imagerie
- Gravure
- Dépôt
- Implantation

## IV. Paramètres du faisceau d'ions

## V. Exemples d'applications

# Vue d'ensemble de différents MEB/FIB



**FEI - Hélios Nanolab**



**JEOL - JIB 4600F**



**HITACHI - NB5000**

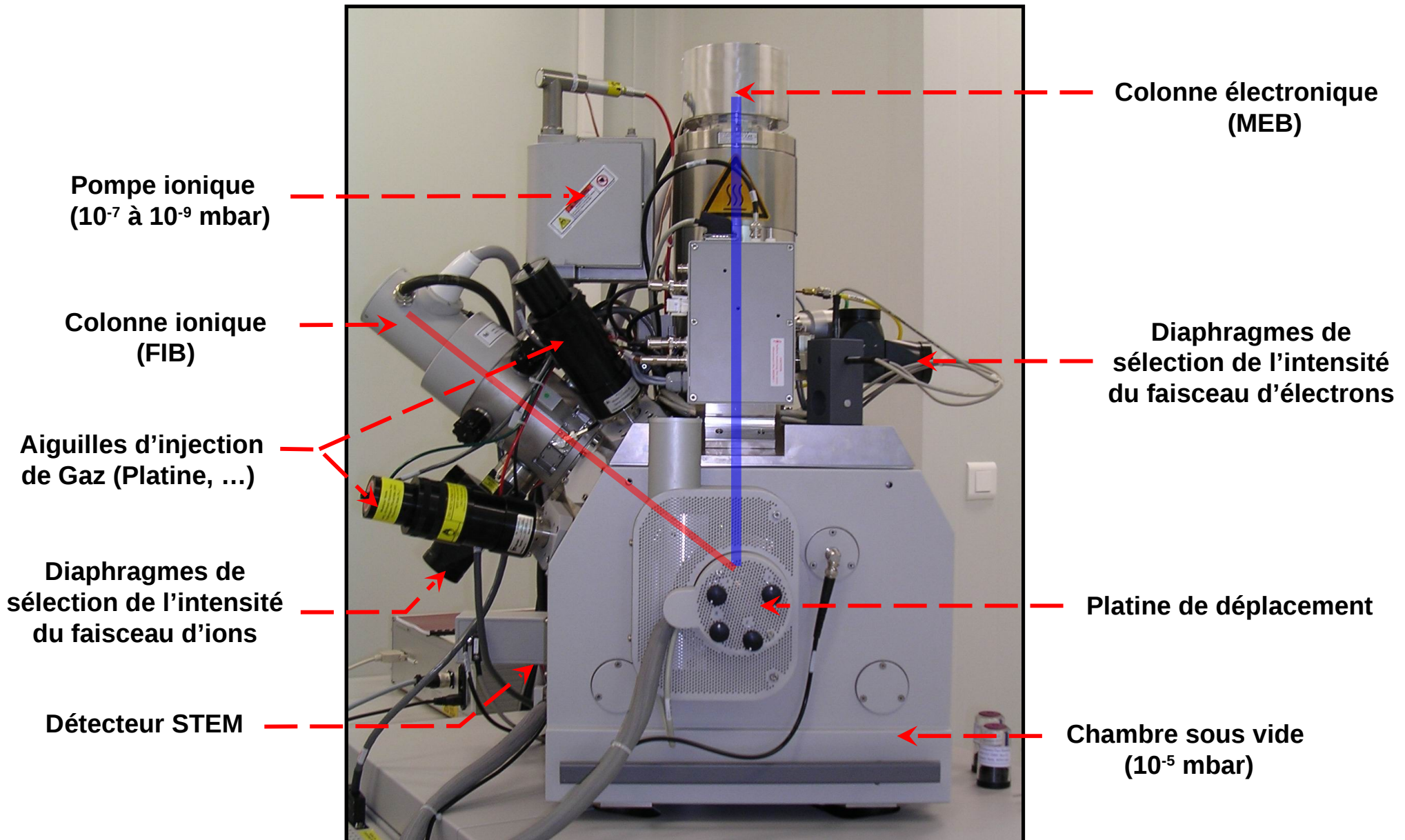


**ZEISS - Auriga**



**TESCAN - Lyra**

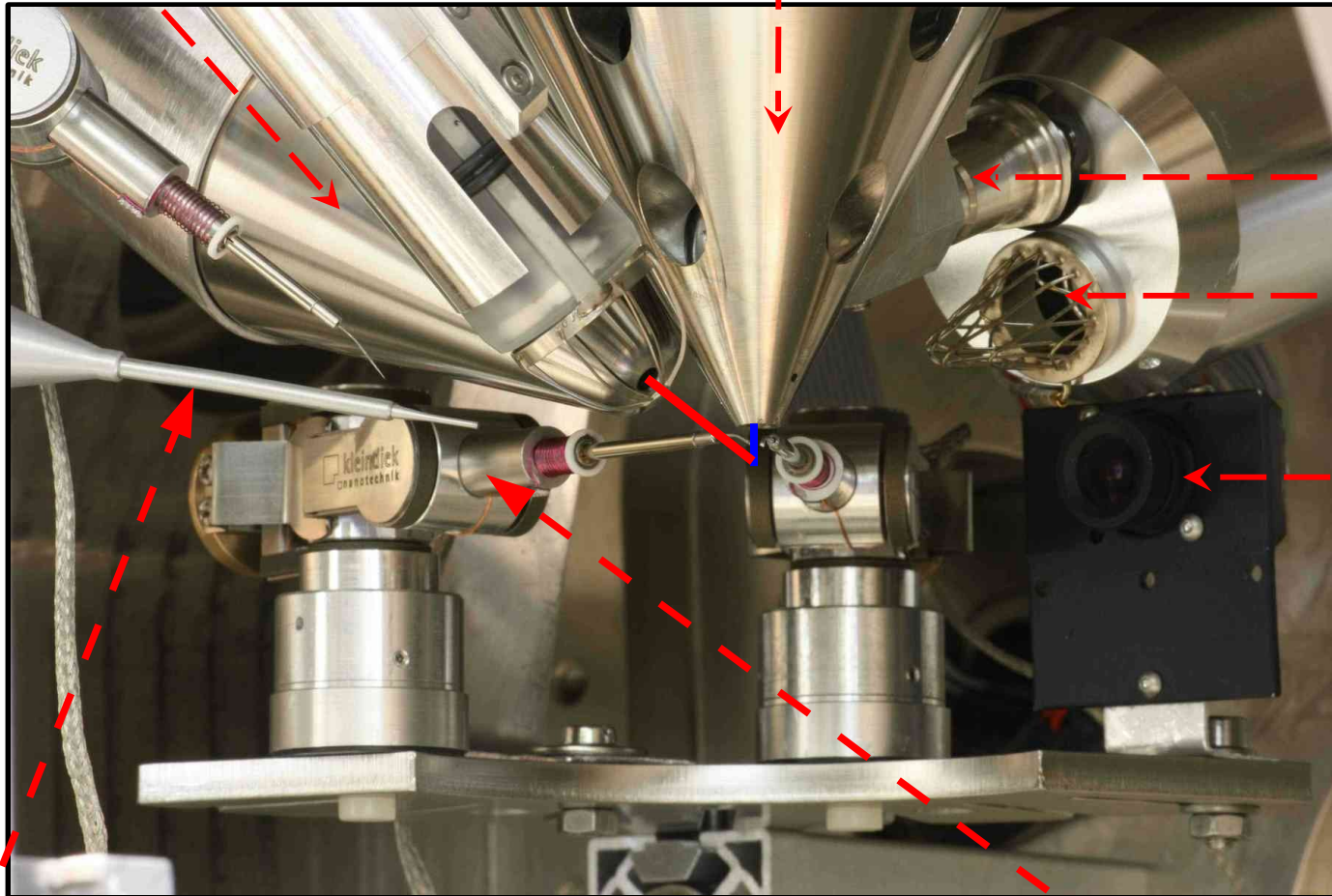
# Vue extérieure



# Vue intérieure

Colonne ionique (FIB)

Colonne électronique (MEB)



Détecteur in-lens

Détecteur SED

Camera

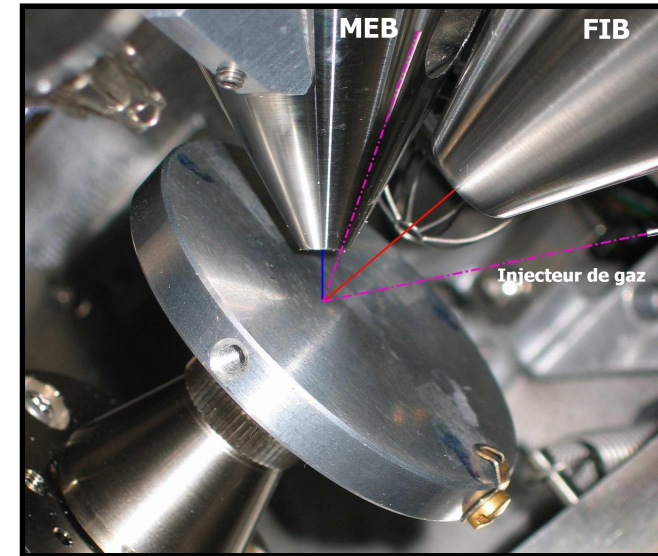
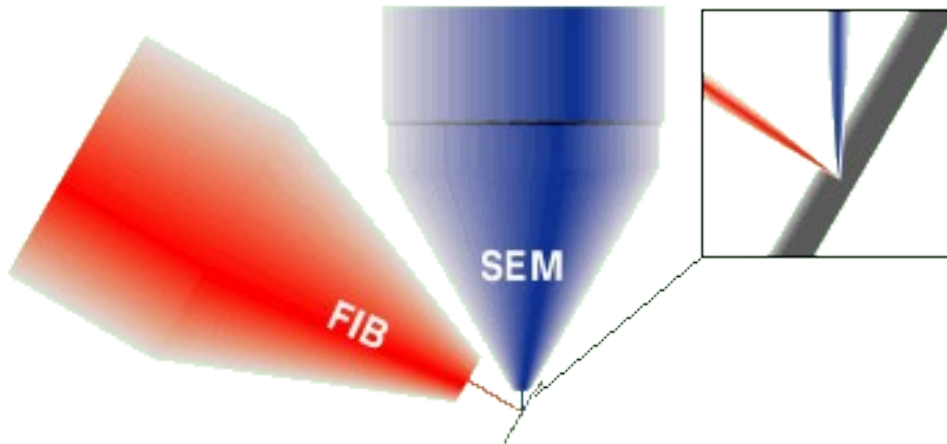
Injecteur de gaz  
(position rétractée)

Dépôt :  
- Platine  
- Tungstène  
- Carbone

Micro-manipulateur

# Pourquoi un MEB-FIB

Il existe des microscopes ioniques simple colonne (FIB) et double colonne (MEB + FIB)



Intérêt d'un MEB/FIB par rapport à un FIB :

- Images à partir d'électrons ou ions incidents : contrastes différents
- Localisation en MEB : limitation de l'endommagement de la surface de l'échantillon (gravure, implantation, redéposition, ...)
- Observation de l'usinage FIB avec le MEB en direct. Grâce à l'angle entre les deux faisceaux on peut observer la profondeur et le profil d'une gravure ou l'épaisseur d'un dépôt.
- Dépôt de matériaux par faisceau d'électrons ou d'ions

# Pourquoi un MEB/FIB

Avant gravure

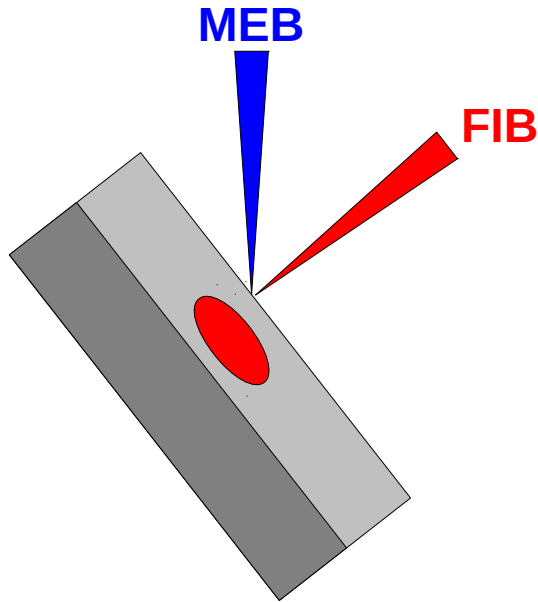


Image MEB

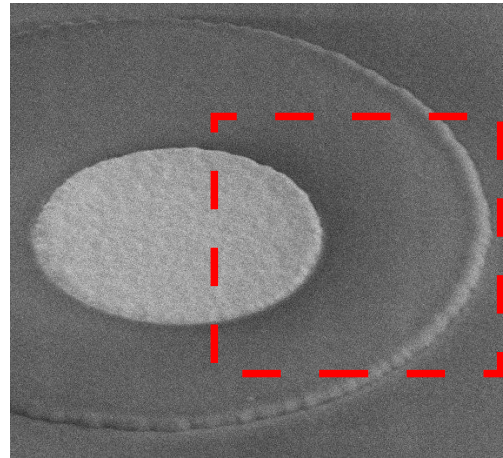
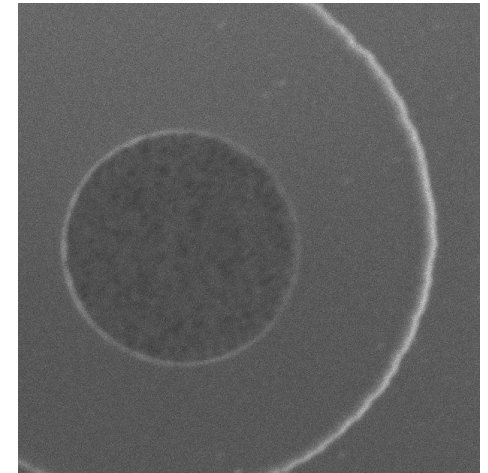


Image FIB



Seule la surface est visible en MEB et FIB

Après gravure

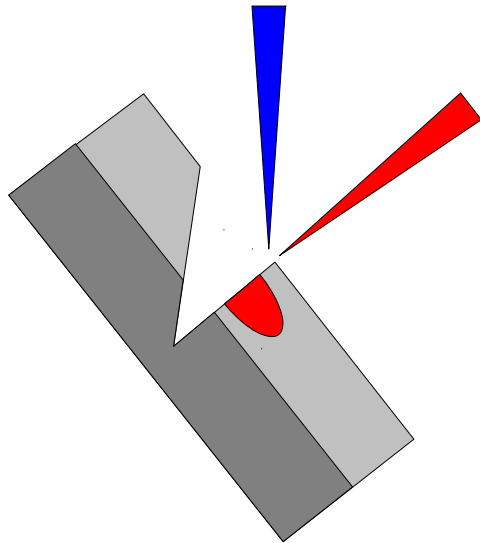
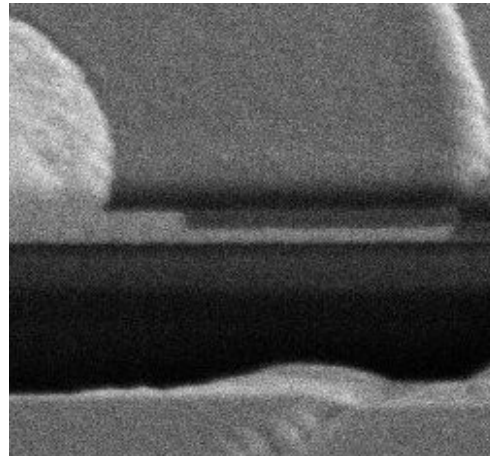
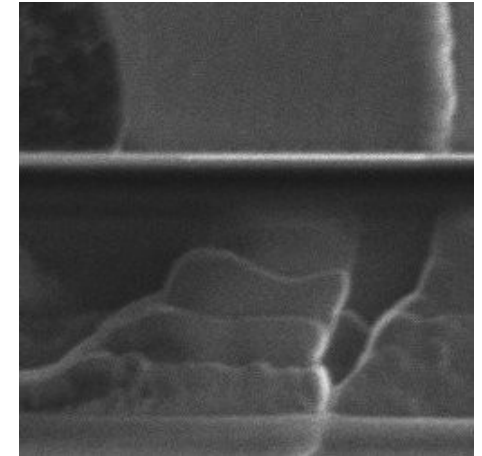


Image MEB



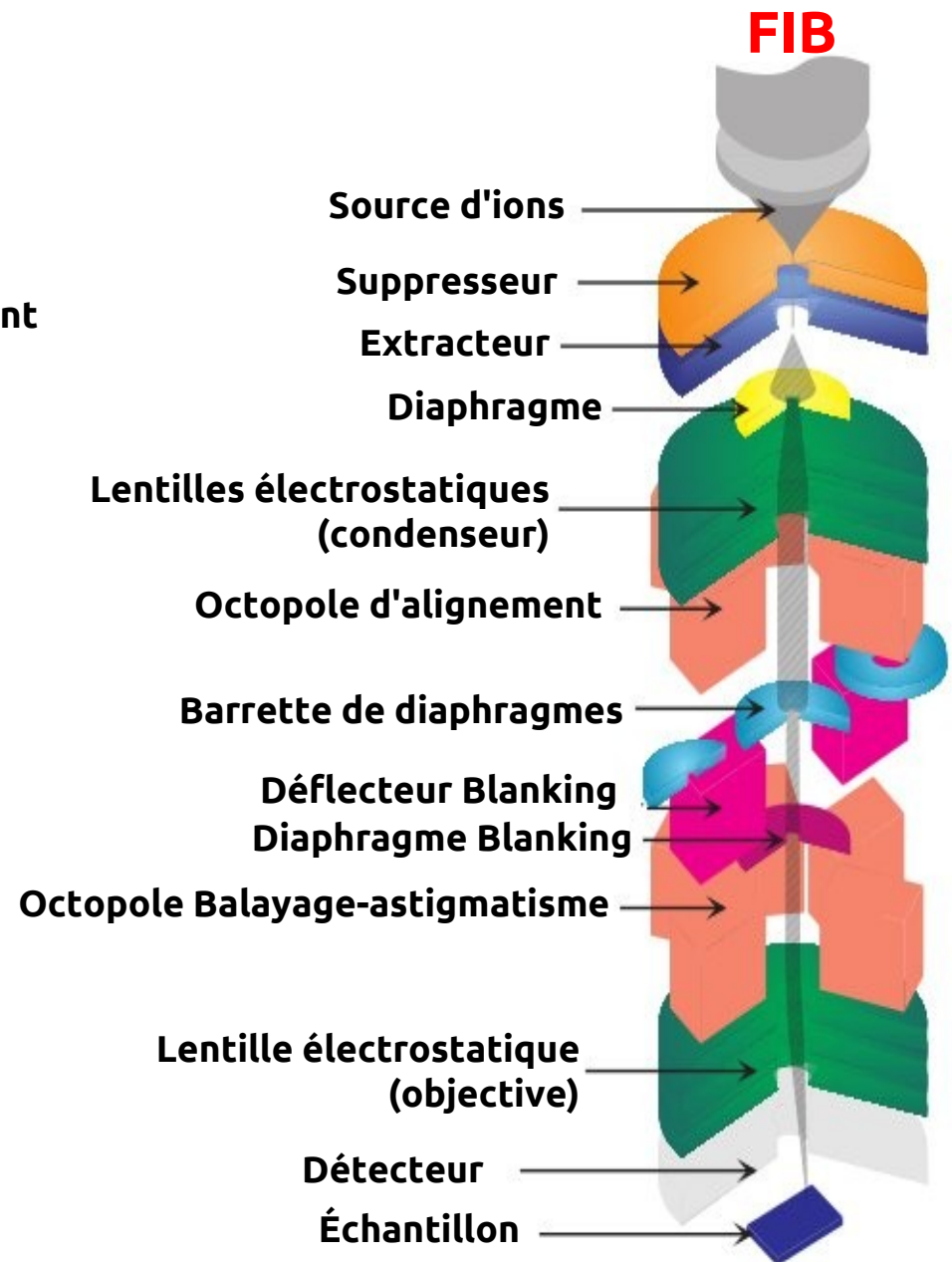
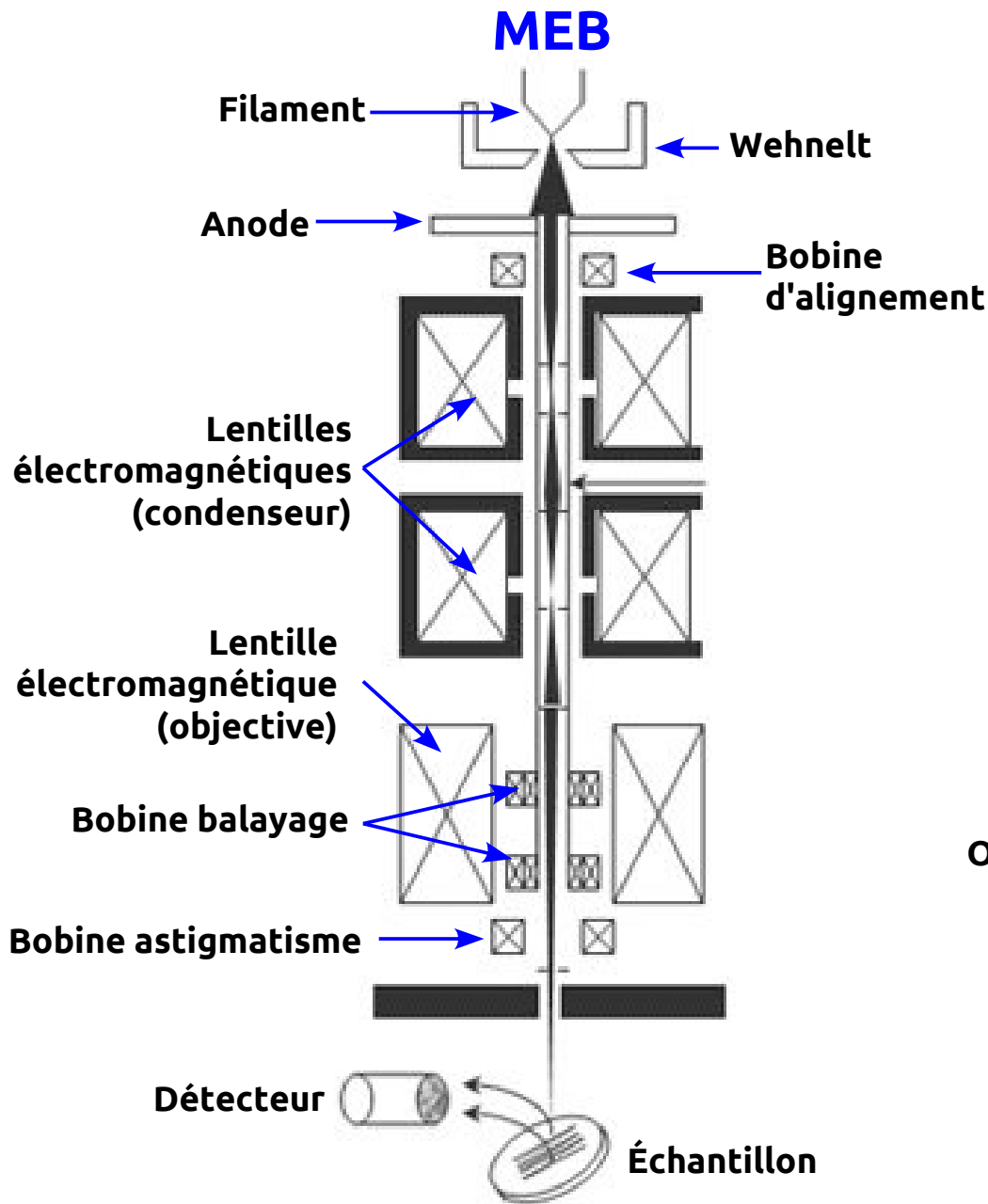
En MEB on voit le profil et la profondeur de gravure

Image FIB



En FIB on ne voit que la surface gravée : forme de la gravure (Pattern)

# Similitudes entre les colonnes MEB et FIB



# Les sources d'ions

## Source métal à l'état liquide :

- mono matériau : **LMIS** (Liquid Metal Ion Source)

Matériaux : Ga, Au, Be, Si, Pd, B, P, As, Ni, Sb, ...

- Alliage : **LMAIS** (Liquid Metal Alloy Ion Source)

Nécessité d'un tri en masse (Filtre de wien) pour la sélection de l'ion

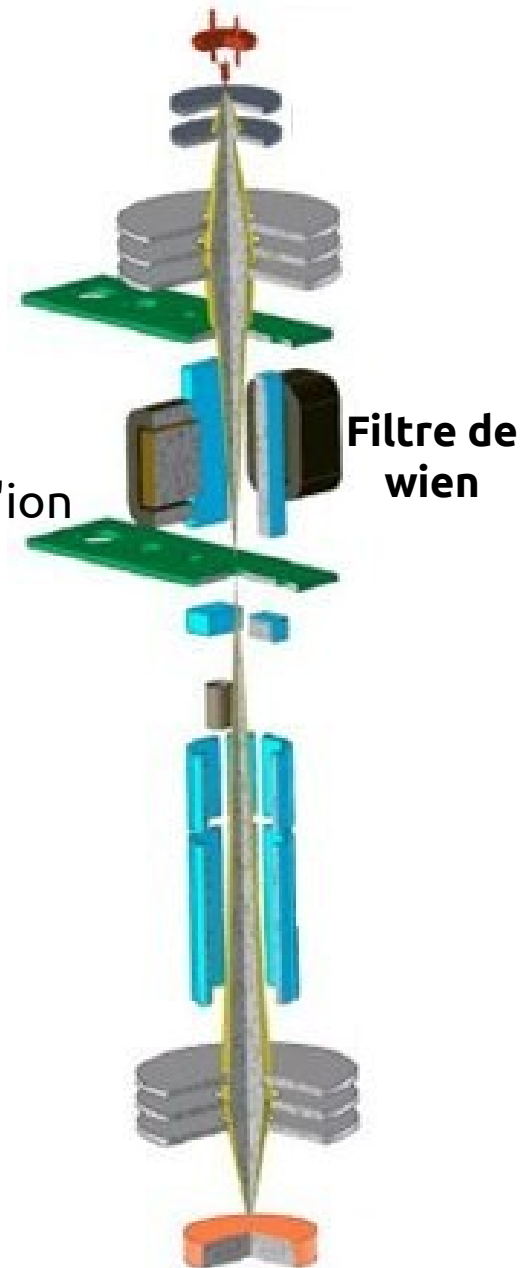
Matériaux : Au-Si, Au-Ge, Au-Si-Ge, ...

## Source ionique gazeuse : GFIZ (Gaz Field Ionization Source)

Gaz : He, Ne, H<sub>2</sub>

## Source liquide ionique : ILIS (Ionic liquid ionic source)

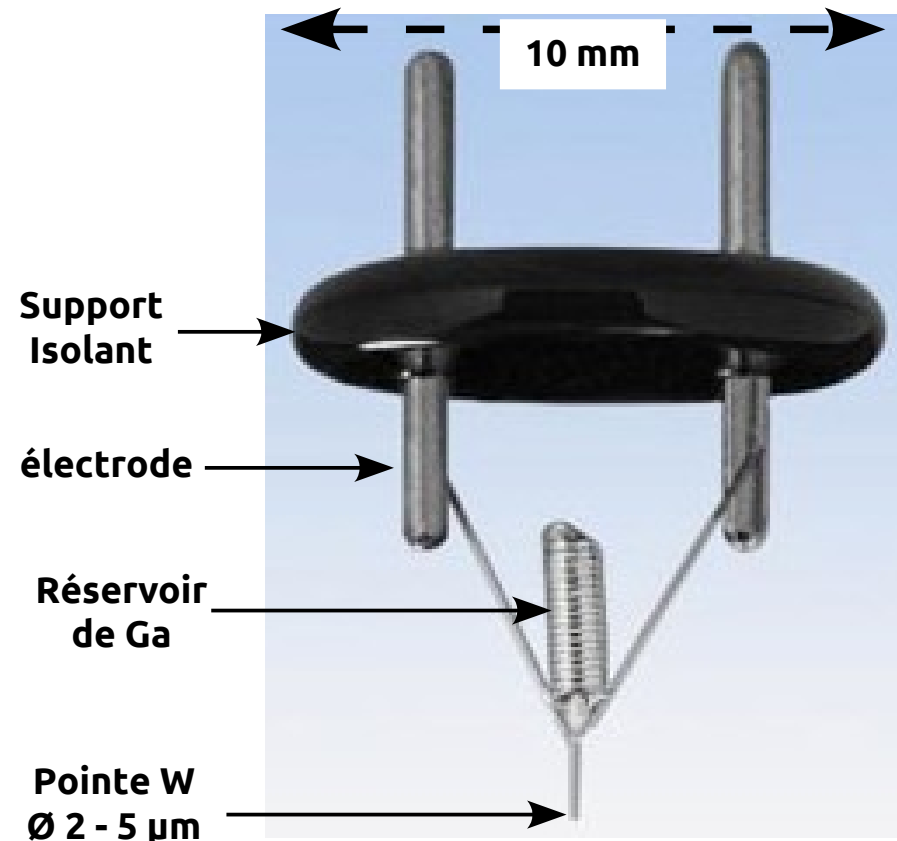
À partir d'un sel organique partiellement fondu



## Pourquoi le Gallium comme source LMIS ?

Les sources ioniques à base de Gallium sont couramment utilisées

- Température de fusion basse :  $T_f = 29,8 \text{ °C}$
- Pression de vapeur saturante faible
- Oxydation lente
- Faiblement réactif chimiquement :  
en particulier avec la pointe en Tungstène
- Production d'ions :  
L'espèce  $\text{Ga}^+$  est largement dominante  
Rapport  $\text{Ga}^{++}/\text{Ga}^+ = 10^{-4}$
- Ion  $\text{Ga}^+$  est un ion lourd : Masse atomique = 69  
Rendement de pulvérisation important



# Principe d'émission des ions dans une source LMIS

Sous un champ électrique le Gallium liquide forme un cône :  
cône de Gilbert-Taylor

Les atomes subissent :

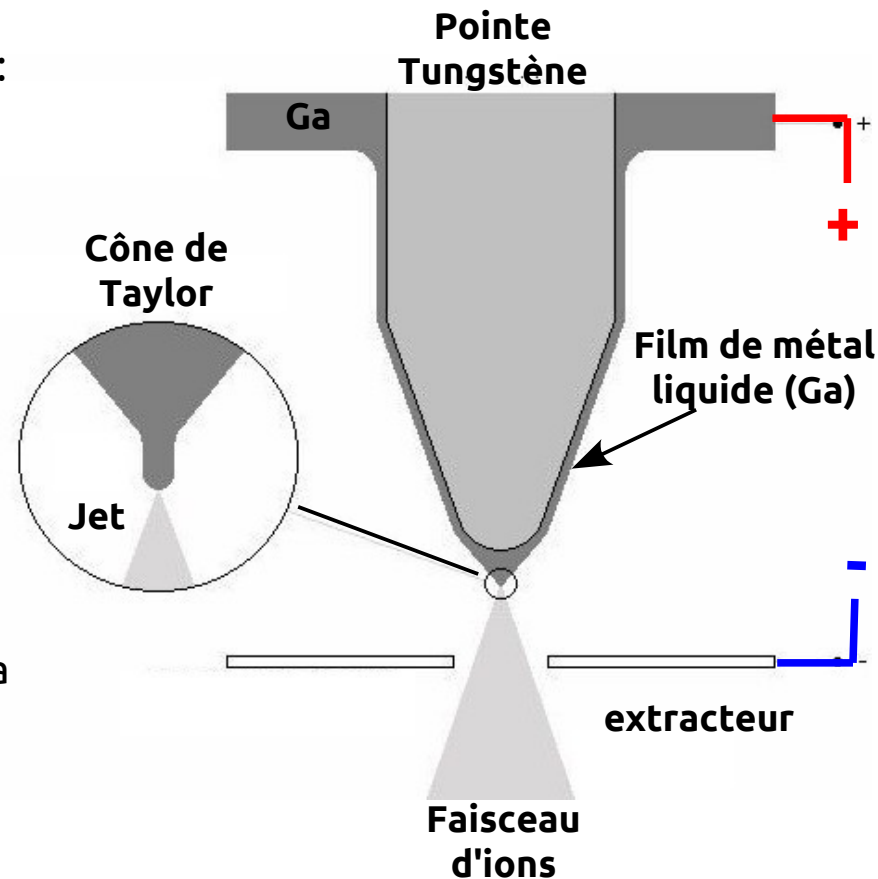
- Les forces de tension de surface
- Les forces électrostatiques

$$\frac{1}{2} \epsilon_0 E^2 = \frac{2\gamma}{r}$$

$\gamma$  = tension de surface  
 $\epsilon_0$  = permittivité du vide

Lorsque le champ électrique est de l'ordre de 10 V/nm, il y a évaporation de la matière :

- Flux de liquide dans le cône
- Déformation de l'apex du cône
- Émission d'ions : Mécanisme d'évaporation sous champ



C'est une source à émission de champ comparable aux émetteurs électroniques (FEG).

# La colonne ionique

---

## Fonction de la colonne :

- Focaliser le faisceau ionique à la surface de l'échantillon
- Usiner avec un rendement correct :  
Choix de l'intensité du courant ionique : de quelques pA au nA
- Bonne résolution pour usiner ou imager avec précision :
  - Limiter les aberrations optiques
  - Taille de sonde la plus fine possible à haute et basse tension

## Constitution de la colonne :

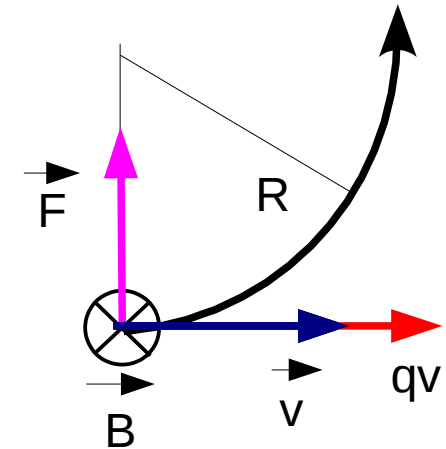
- Lentilles : focaliser le faisceau d'ions
- Déflecteurs : balayer une surface définie
- Stigmatiseur : corriger les aberrations en particulier l'astigmatisme
- Diaphragmes : ajuster le courant ionique

# Les Lentilles : lentille électromagnétique

Trajectoire d'une particule chargée dans un champ magnétique :

- champ uniforme normal à la trajectoire de la particule
- particule chargée positivement :  $\text{Ga}^+$

La particule est soumise à :  $\vec{F} = q \vec{v} \wedge \vec{B}$



- loi de Newton :  $q v B = \frac{m v^2}{R} \rightarrow R = \frac{m v}{q B}$

$E = \frac{1}{2} m v^2 = q U \rightarrow v = \sqrt{\frac{2 q U}{m}}$

$$R = \frac{1}{B} \sqrt{\frac{m U}{q}}$$

U : Tension d'accélération

La particule prend une trajectoire circulaire dont le rayon dépend du rapport  $m/q$

Plus la masse  $m$  de la particule est grande, plus  $R$  est grand, plus la déviation est faible

Pour une même déviation, il faudra un champ magnétique beaucoup plus important pour un ion ( $\text{Ga}^+ = 1,2 \cdot 10^{-25} \text{ kg}$ ) que pour un électron ( $9,1 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ )

# Les Lentilles : lentille électrostatique

Trajectoire d'une particule chargée dans un champ électrique homogène généré par deux électrodes planes de longueur L :

- La particule de charge (q) est accélérée sous un potentiel U en amont :

$$E_0 = \frac{1}{2} m v_0^2 = qU \rightarrow v_0 = \sqrt{\frac{2qU}{m}}$$

- loi de Newton :  $m \vec{a} = q \vec{E} \rightarrow \left\{ \begin{array}{l} x = v_0 t \\ y = \frac{q}{2m} E t^2 \end{array} \right\}$

$$y = \frac{E}{4U} x^2 \quad \text{La trajectoire est parabolique}$$

En sortie des électrodes, la déviation est de :  $\delta = \frac{E L^2}{4U}$

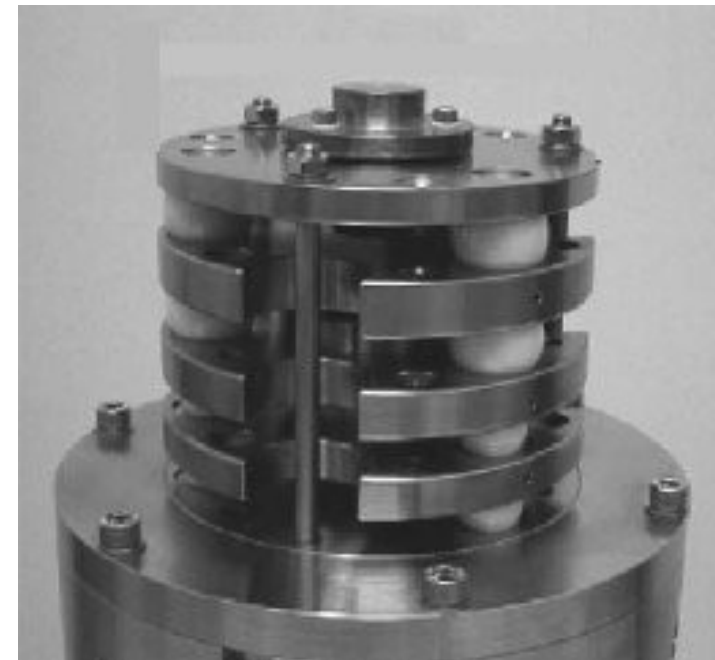
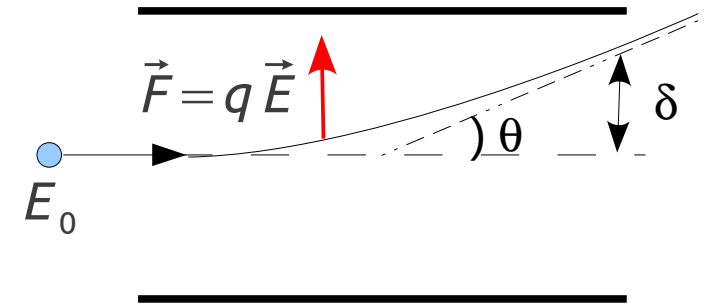
avec un angle de :  $\tan \theta = \frac{E L}{2U}$

La déviation de la particule ne dépend que du rapport  $\frac{E}{U}$

C'est à dire du **champ électrique** et de **l'énergie de la particule**

→ **Indépendant de la masse de la particule**

→ **Lentille utilisée en microscopie ionique**



# Filtre de Wien

Dans le cas de l'utilisation d'une source ionique à partir d'un alliage, d'un sel, ..., il faut sélectionner les entités ioniques souhaitées. Un filtre de Wien est introduit dans la colonne.

Pour un potentiel accélérateur  $U$  donné, chaque ion du faisceau possède une vitesse suivant l'axe de propagation  $z$  différente selon sa charge ( $q$ ) et sa masse ( $m$ ) :

$$v_z = \sqrt{\frac{2qU}{m}}$$

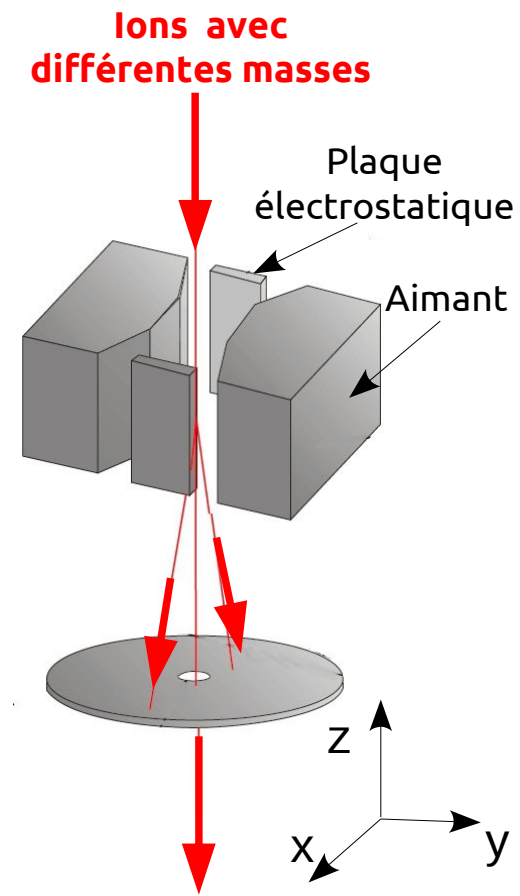
sur l'axe du filtre sont créés un champ électrique  $E$  et magnétique  $B$  croisés. Les ions du faisceau sont alors soumis à :

$$\vec{F} = q(\vec{E} + \vec{v} \wedge \vec{B})$$

Cette force est nulle pour les ions dont le rapport charge/masse est tel que :

$$\frac{E_x}{B_y} = v_z = \sqrt{\frac{2qU}{m}}$$

Ainsi pour certaines valeurs fixées de  $E$  et  $B$ , seuls les ions dont le rapport Charge/Masse est adapté, ne sont pas déviés dans le filtre et passent par le diaphragme de sortie.



# Diaphragmes

## Les diaphragmes ont deux fonctions principales :

### - Sélection du courant :

Un moteur déplace une barrette constituée de diaphragmes de différentes dimensions. Le diaphragme placé sur le parcours du faisceau d'ions, limite son intensité et la taille de la sonde

### - Limitation des aberrations :

Lentilles électrostatiques = fortes aberrations

Solution = travailler dans l'approximation de Gauss (approximation paraxiale)

Le diaphragme sert ici à limiter spatialement le faisceau, afin que les ions restent proches de l'axe de propagation



Barrette de diaphragmes permettant la sélection de l'intensité du faisceau d'ions

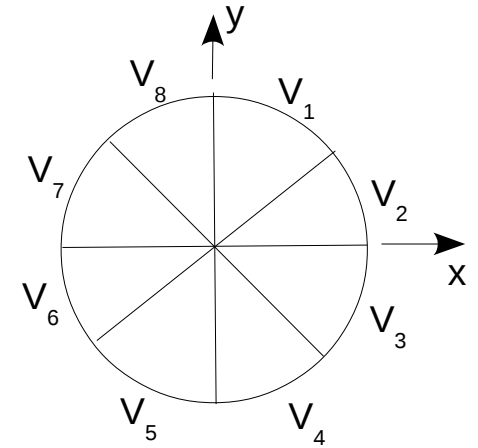
Courant FIB (pA)	Taille sonde (nm)
1	6
10	10
30	12,5
50	15
100	20
300	25
500	30
1000	35
3000	60
5000	100
7000	150
20000	

# Déflexion et astigmatisme

La déflexion du faisceau est assurée par un champ électrique transversal

L'utilisation d'un Octopole, permet de :

- gérer la déflexion (x et y)
- d'agir sur l'alignement
- de corriger l'astigmatisme
- de tourner le plan de rotation de l'image (Scan rotation)

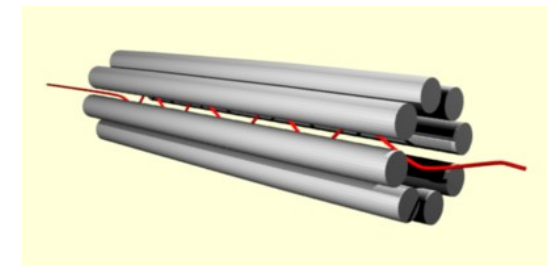


Secteur à différents potentiels suivant la fonction choisie : déflexion, stigmatisme, ...

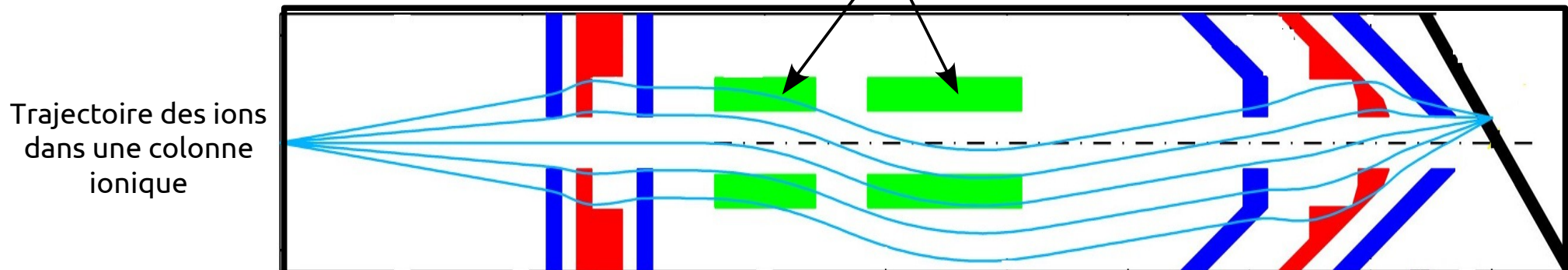
Une colonne à haute résolution nécessite une faible distance de travail :

↳ Le système de déflexion est donc situé avant la lentille objectif.

↳ Cela suppose aussi deux octopoles travaillant en tandem, permettant un point de pivotement du faisceau ionique dans la lentille finale au point de « Sans aberration de COMA »



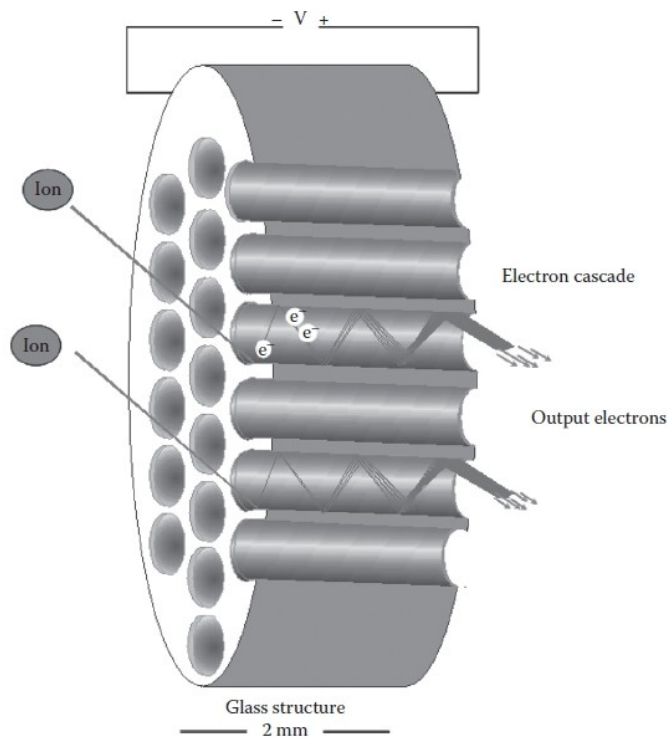
Trajectoire des ions dans un octopole



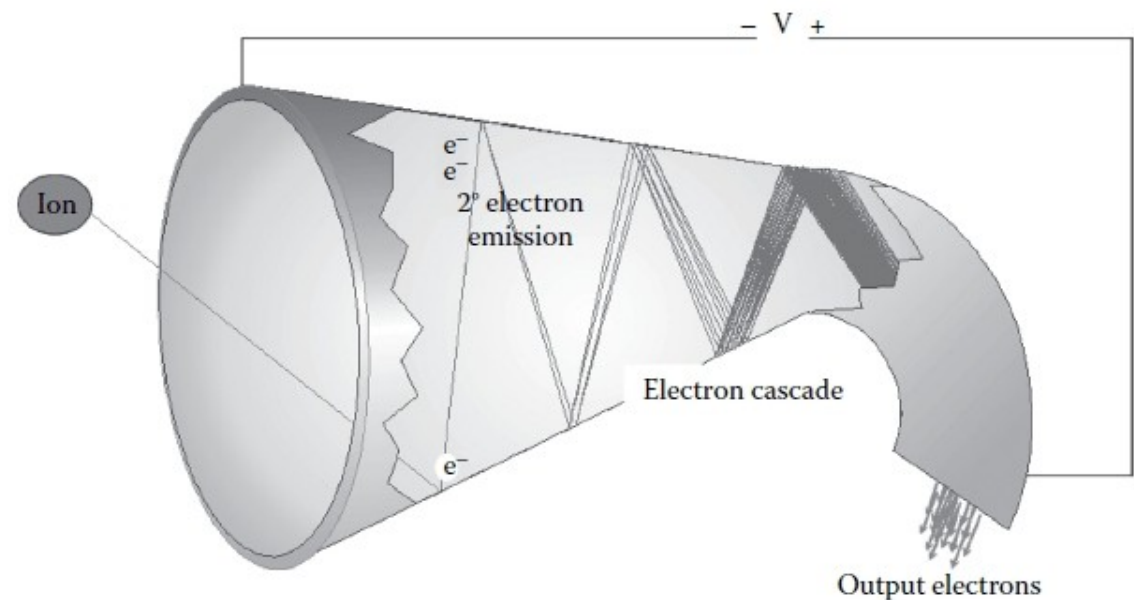
# Les détecteurs pour l'imagerie

Il existe différents systèmes pour la détection des ions et des électrons secondaires :

- Everhart-Thornley : électrons secondaires
- microchannel plates (MCP) : électrons et ions secondaires
- continuous dynode electron multiplier (CDEM) : électrons et ions secondaires



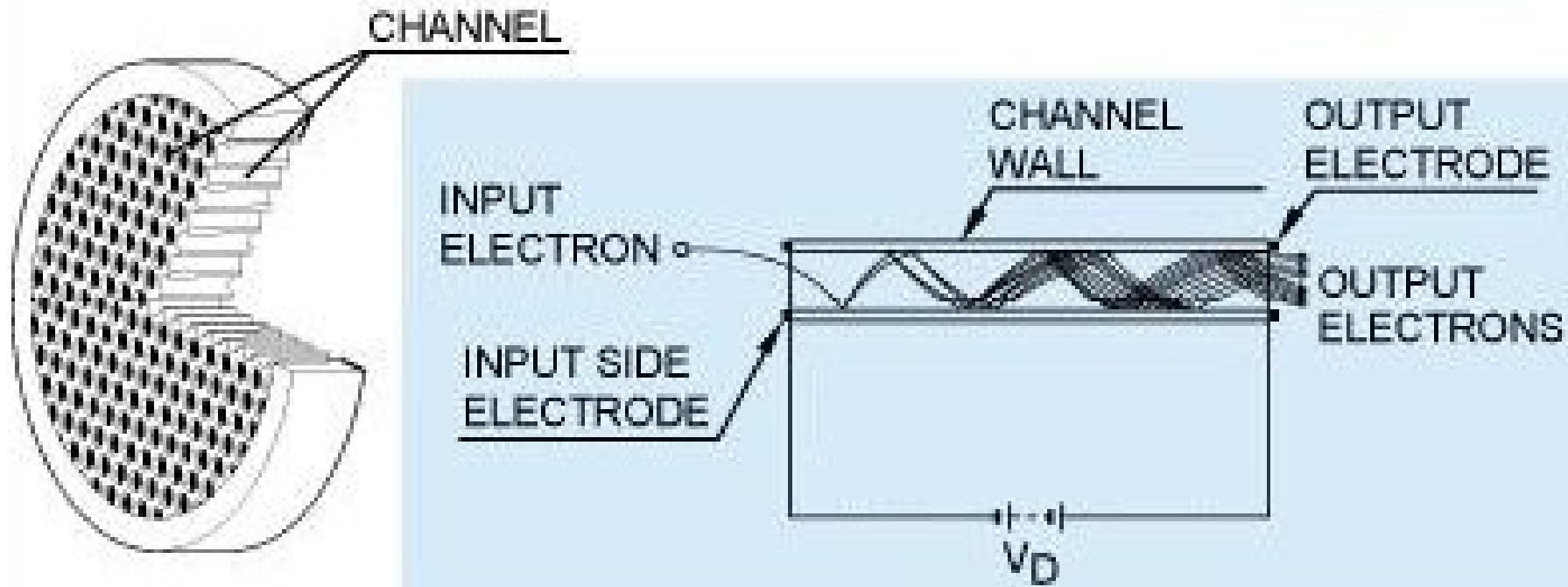
**microchannel plates (MCP)**



**continuous dynode électron mutiplier (CDEM)**

## Microchannel Plates (MCP)

Une plaque à microcanaux (MCP) est constituée d'un disque en verre de 1 mm d'épaisseur traversé par une matrice de tubes capillaires de diamètre 10 à 25  $\mu\text{m}$ . Chaque capillaire possède un revêtement interne émetteur d'électrons. Une tension de 1kV est appliquée entre les deux faces métallisées de la plaque. Un ion (ou électron) qui frappe la paroi interne d'un des capillaires crée une avalanche d'électrons secondaires. Cet effet en cascade crée un gain de  $10^3$  à  $10^4$ .



## Performances actuelles d'une source LMIS Gallium

---

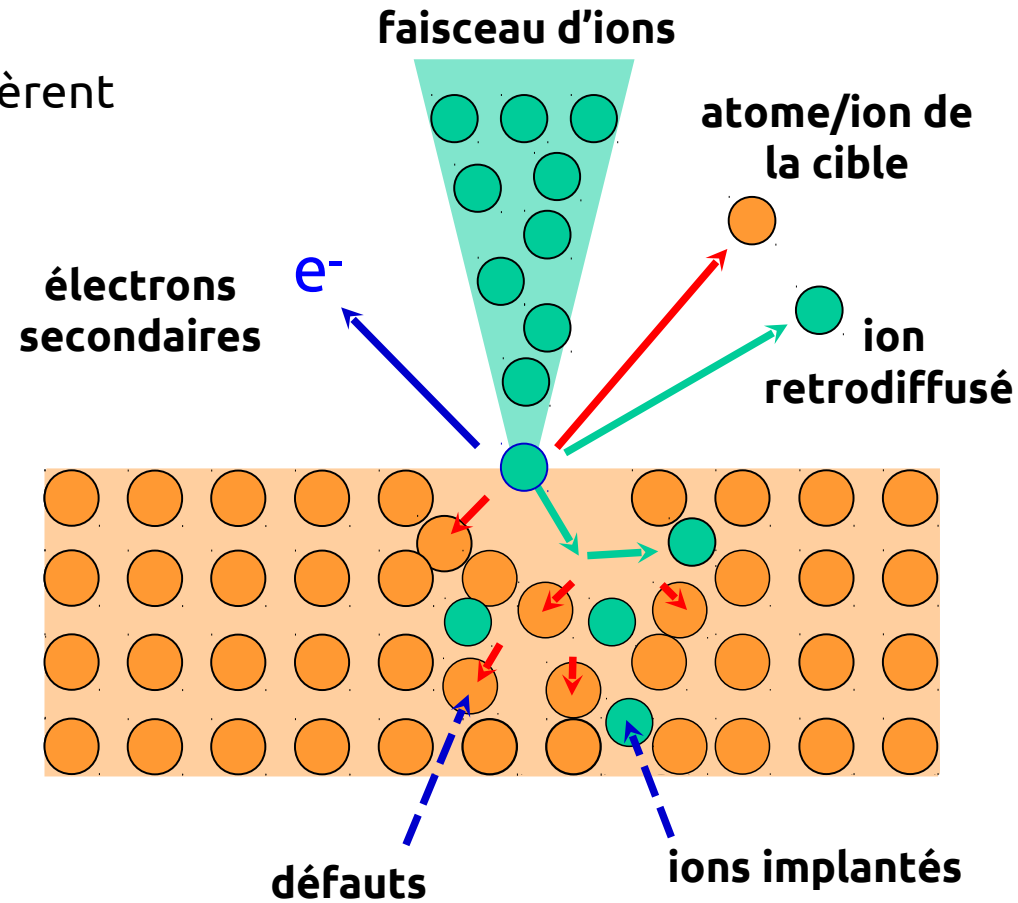
- Durée de vie = 1500 h
- Tension d'accélération = 500 V à 30 kV
- Résolution = 2,5 nm à 30 kV et faible courant
- Courant de sonde : jusqu'à 65 nA

# Interactions ions - matière

En pénétrant dans l'échantillon, les ions transfèrent leur énergie à la matière, entraînant :

- sous la surface :
  - défauts (déplacement d'atomes)
  - implantation
  - dissipation thermique
- à la surface :
  - émission d'atomes
  - émission d'ions (incidentes ou cibles)
  - émission électrons secondaires

Les électrons et ions peuvent être collectés pour former des images.



## Comparatif MEB vs FIB

		FIB	MEB	
<b>particule</b>	type	ion Ga <sup>+</sup>	électron	
	charge	+1	-1	
	taille (nm)	0,2	0,00001	<b>x 20 000</b>
	masse (kg)	1,2.10 <sup>-25</sup>	9,1.10 <sup>-31</sup>	<b>x 130 000</b>
	vitesse à 30kV (m/s)	2,8.10 <sup>5</sup>	1,0.10 <sup>8</sup>	<b>÷ 360</b>
	quantité de mouvement à 30kV (kg.m/s)	3,4.10 <sup>-20</sup>	9,1.10 <sup>-23</sup>	<b>x 370</b>
<b>profondeur de pénétration dans :</b>	polymère à 30kV (nm)	60	12 000	
	polymère à 2kV (nm)	12	100	
	fer à 30kV (nm)	20	1800	
	fer à 2kV (nm)	4	25	
<b>émission moyenne pour 100 particules incidentes à 20kV</b>	électrons secondaires	100 - 200	50 - 75	
	électrons rétrodiffusés	0	30 - 50	
	atomes de l'échantillon	<b>500</b>	0	
	ions secondaires	30	0	
	rayon X	0	0,7	

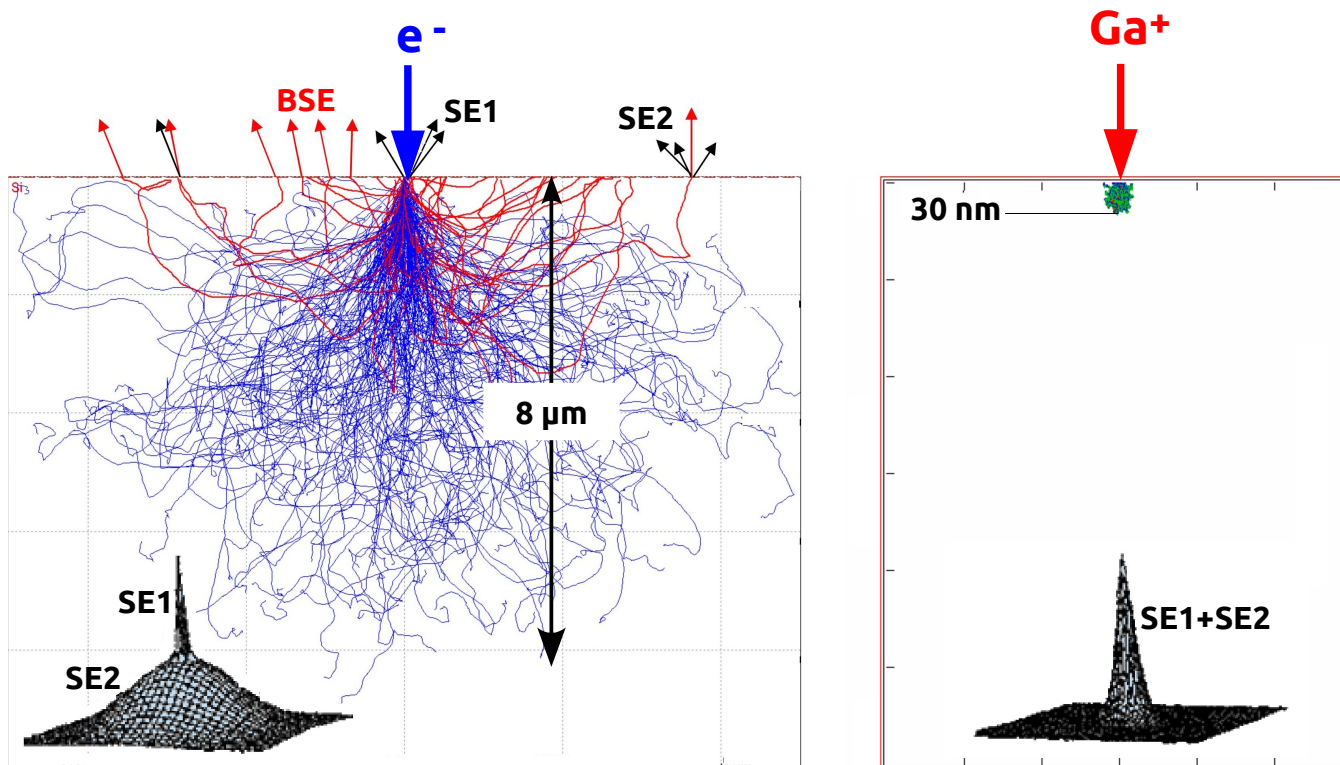
www.fei.com

# Imagerie - Contraste en FIB

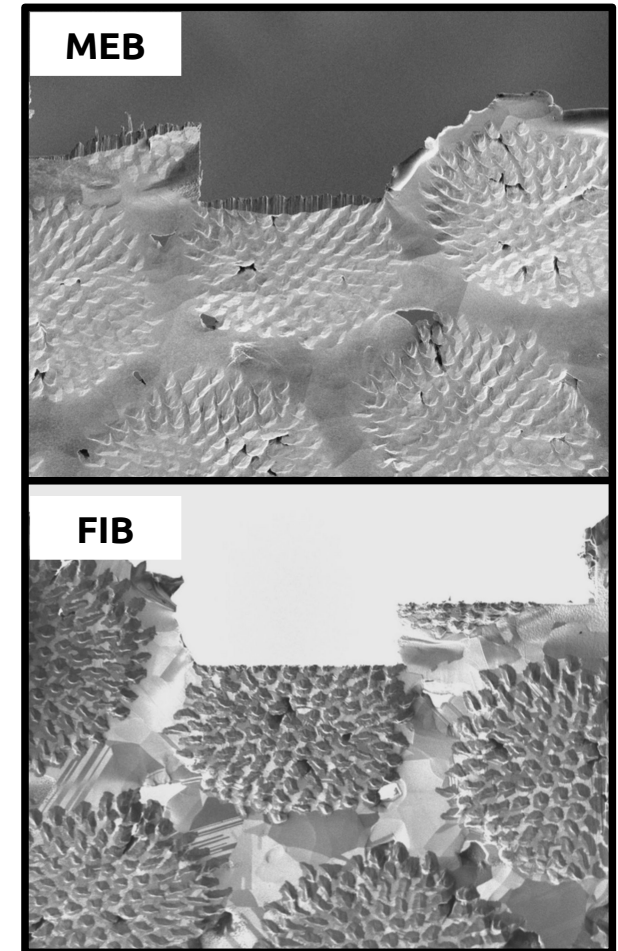
Faisceau d'électrons → électrons rétrodiffusés → étalement des SE2

Faisceau d'ions → pas d'électron rétrodiffusé → SE2 resserrés

↳ Image en électrons secondaires plus contrastée avec le FIB



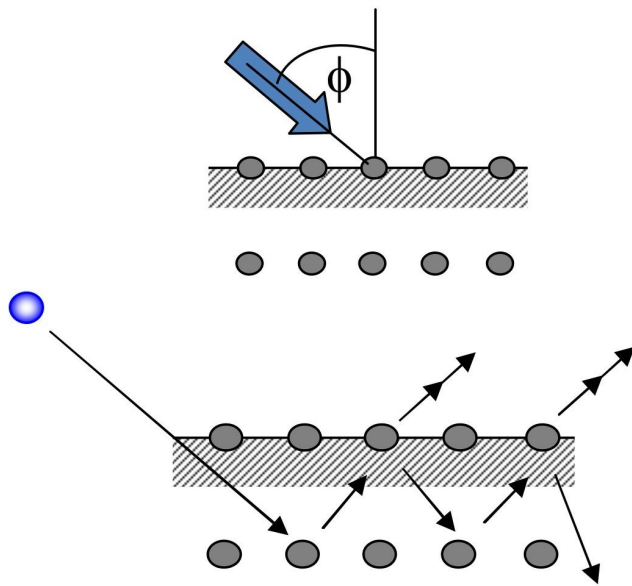
Trajectoires des électrons et des ions  $\text{Ga}^+$   
à 30kV dans le silicium



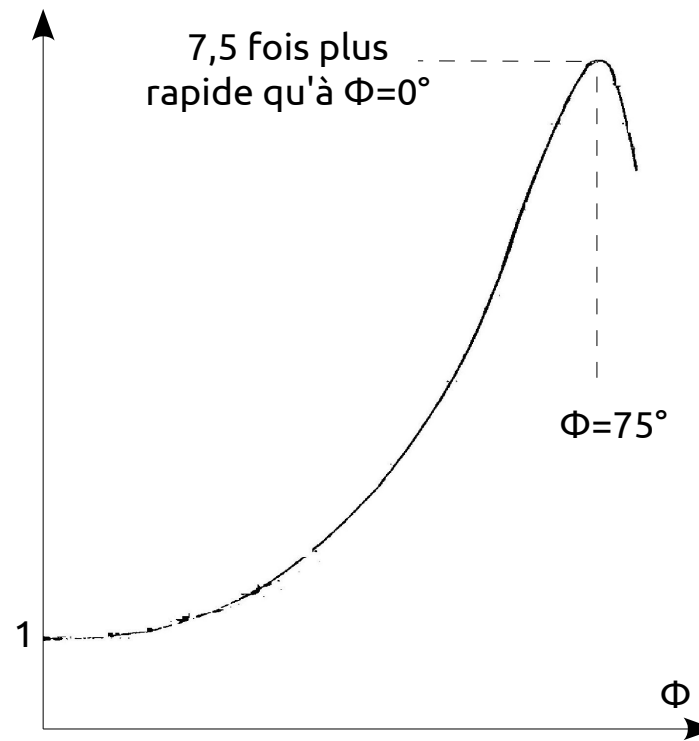
Comparaison MEB/FIB :  
images en électrons  
secondaires

# Gravure

Le taux de pulvérisation dépend de l'angle d'incidence des ions par rapport à la surface de l'échantillon



Augmentation de la probabilité de collision en cascade à proximité de la surface avec un angle élevé.  
Le taux de pulvérisation est maximum pour un angle de 75°

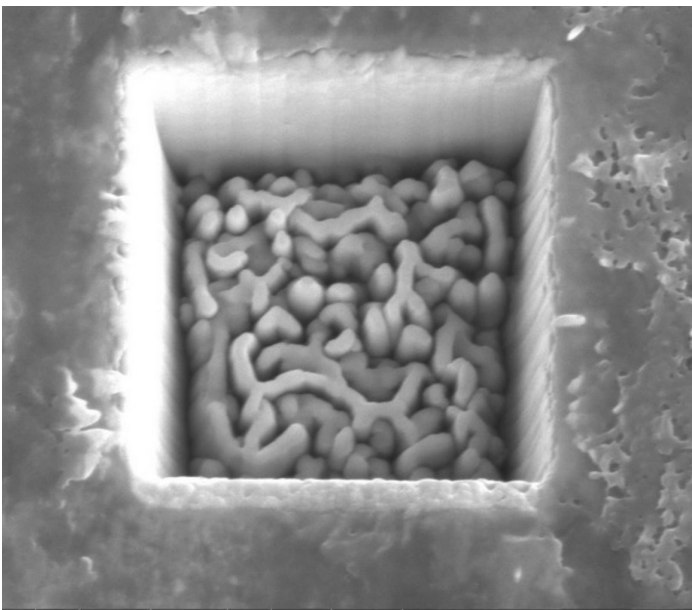
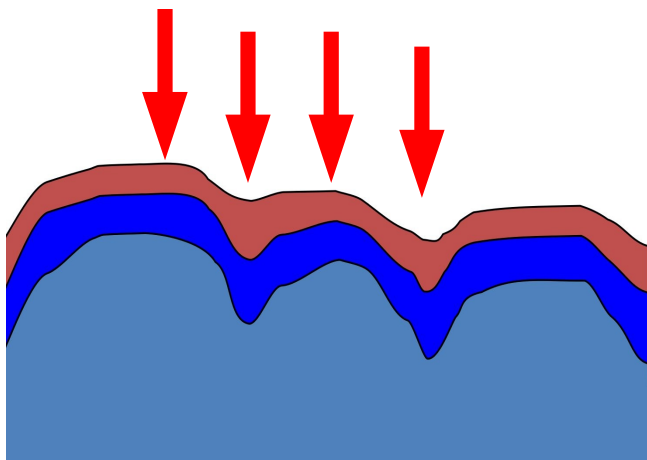


Vitesse de gravure du Silicium en fonction de l'angle d'incidence

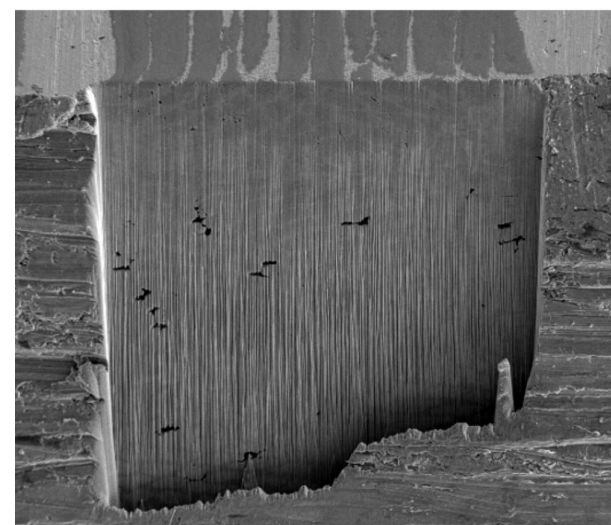
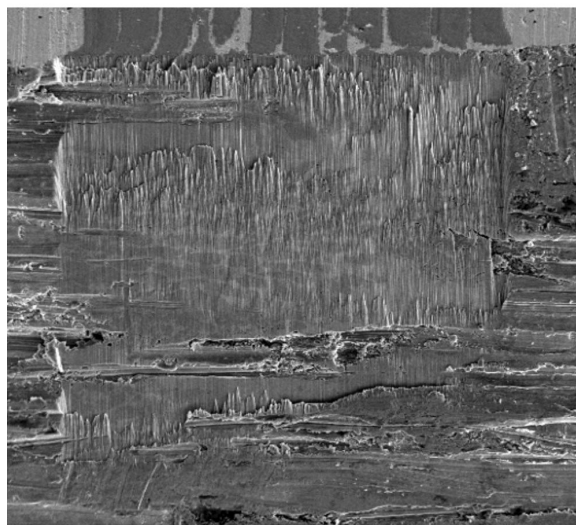
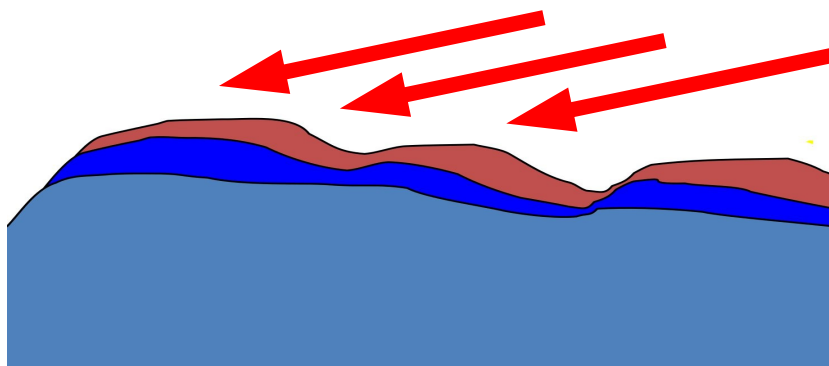
Matériaux	Taux pulvé. ( $\mu\text{m}^3/\text{nA}$ )
Si	0,27
SiO <sub>2</sub>	0,24
Al	0,3
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,08
GaAs	0,61
InP	1,2
Au	1,5
TiN	0,15
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0,2
C	0,18
Ti	0,37
Cr	0,1
Fe	0,29
Ni	0,14
Cu	0,25
Mo	0,12
Ta	0,32
W	0,12
MgO	0,15
TiO	0,15
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,25
Pt	0,23
PMMA	0,4

# Gravure

Gravure d'un acier avec un angle d'incidence nul



Gravure avec un angle d'incidence rasant = polissage

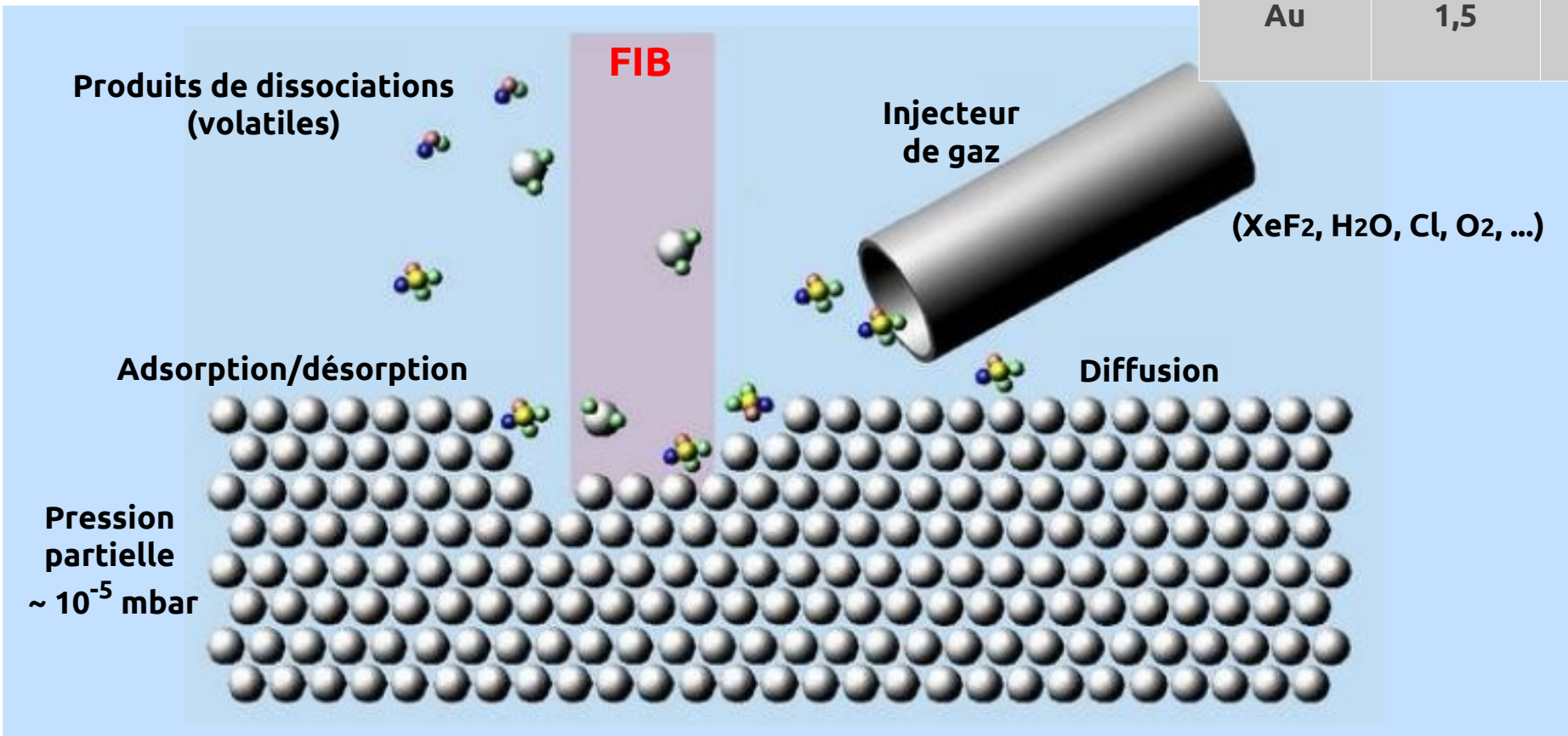


# Gravure Assistée

Le gaz sert :

- à activer chimiquement la gravure ionique
- à augmenter la sélectivité de gravure entre matériaux
- de vecteur (limite la redéposition)

Matériaux	Taux de pulvé ( $\mu\text{m}^3/\text{nA}$ )	facteur d'amélioration (avec gaz)
Si	0,27	5 - 15
SiO <sub>2</sub>	0,24	1 1,5
Al	0,3	7 - 20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,08	1 - 1,5
GaAs	0,61	5 - 15
InP	1,2	2 - 4
Au	1,5	1 - 2



# Dépôt électronique ou ionique

- Les molécules organométalliques permettent un passage en phase gazeuse à faible température  
ex : pour  $W(CO)_6$  la température d'évaporation est de  $67^\circ C$
- Injection du gaz par l'intermédiaire d'une canule au plus proche de la surface (200 - 300 $\mu m$ )
- Les molécules sont adsorbées à la surface puis décomposées sous le faisceau d'ions ou d'électrons
- La partie métallique non volatile reste à la surface et forme un dépôt, la partie volatile légère est rapidement désorbée et évacuée par le système de pompage.

Organométalliques (C, Pt, W, SiO<sub>2</sub>, ...)

Injecteur de gaz

FIB/MEB

Produits de dissociations (volatiles)

diffusion

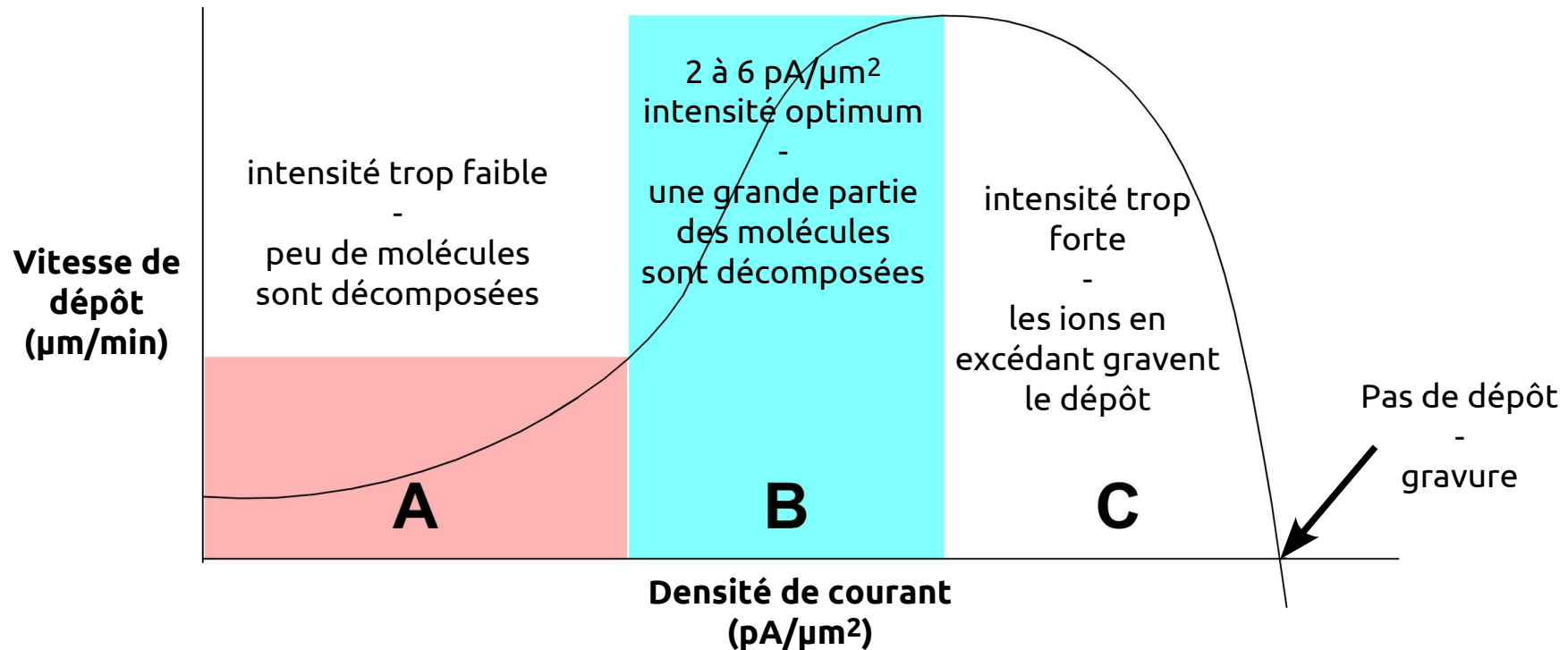
Adsorption/désorption

Pression partielle  $\sim 10^{-5}$  mbar

Matériaux déposé	Vitesse de dépôt FIB ( $\mu m^3/nC$ )	Organométalique
Pt	0,5 - 1	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> Pt
W	0,15	W(CO) <sub>6</sub>
C	0,5	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub>

# Dépôts FIB

Le processus de dépôt par faisceau d'ions est en compétition avec le phénomène de gravure



## Applications du dépôt :

- protections de la surface
- contacts électriques ou mécaniques
- réparations de circuits, ...

# Implantation et basse tension

## Gravure ionique → Implantation → Amorphisation

Implantation = pénétration de l'ion incident dans le matériau

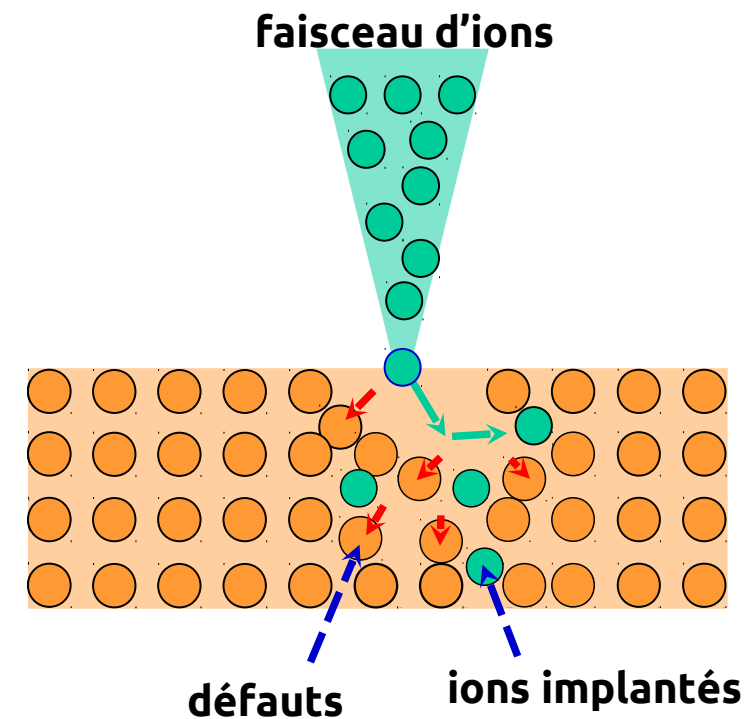
Amorphisation = désorganisation de la structure cristalline sous l'impact des ions  
= déplacement d'atomes sur des sites interstitiels

La profondeur d'implantation et d'amorphisation dépend de :

- la vitesse des ions → tension d'accélération
- la masse des ions

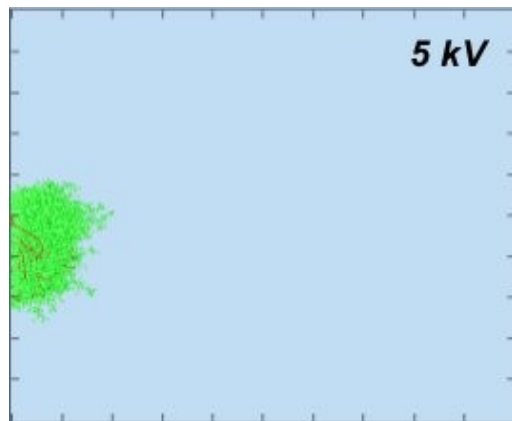
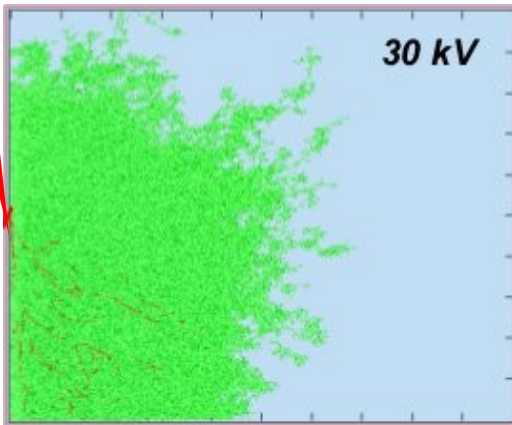
La préparation de lame pour observation en transmission nécessite de limiter au maximum l'épaisseur de la couche amorphe

↳ Gravure finale de la lame à basse tension

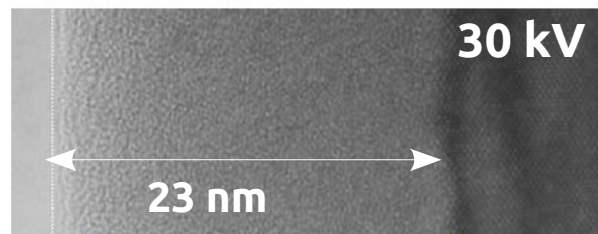
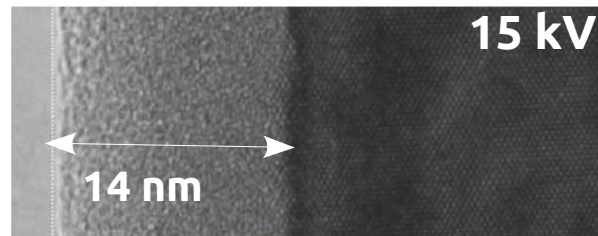


# Implantation et basse tension

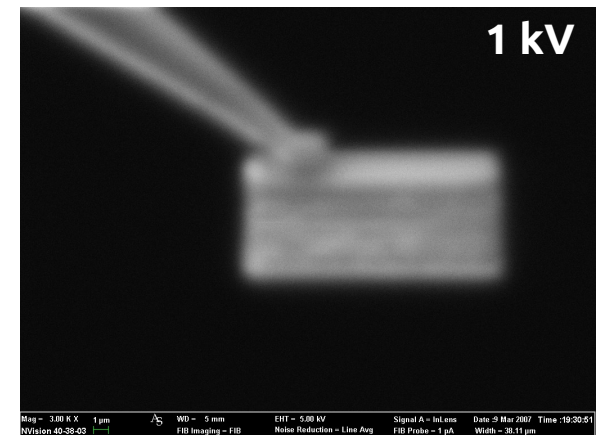
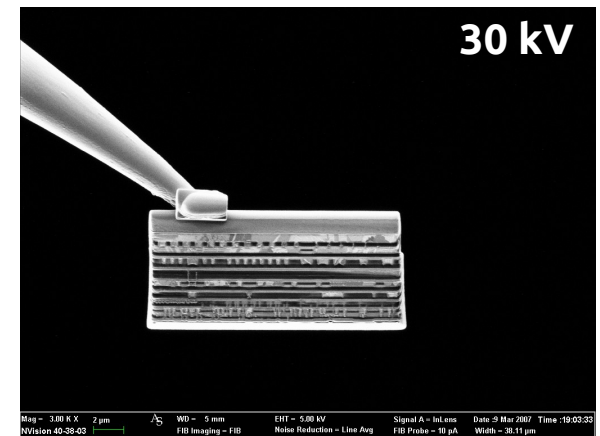
FIB



Simulation d'implantation d'ions  $\text{Ga}^+$  à 30 et 5 kV en incidence rasante dans du Silicium



Observation en transmission de l'épaisseur de la couche de Silicium amorphisée par des ions  $\text{Ga}^+$  à 5, 15 et 30kV



Images en électrons secondaires à partir d'ions incidents à 30kV et 1kV

# Paramètres : faisceau d'ions et Pattern

## Faisceau d'ions :

Intensité : 1pA à 65nA

Taille de la sonde : 6nm à >200nm (lié au choix de l'intensité)

Tension d'accélération : perte de résolution à basse tension

Focalisation du faisceau

## Pattern :

Forme

Dimensions

Recouvrement du faisceau d'ions :

$$\text{beam overlap} = (D - S) / D$$

$$\text{pixel fill factor} = (D / S)$$

D = diamètre théorique de la sonde

S = pas

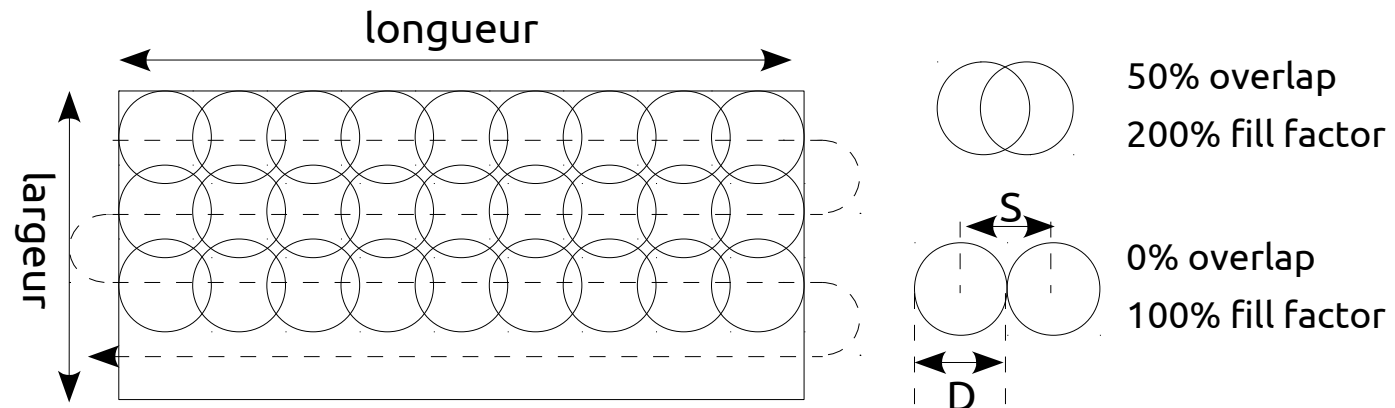
Dwell time

Temps total

## Injecteur de gaz :

Dépôt

Gravure assistée

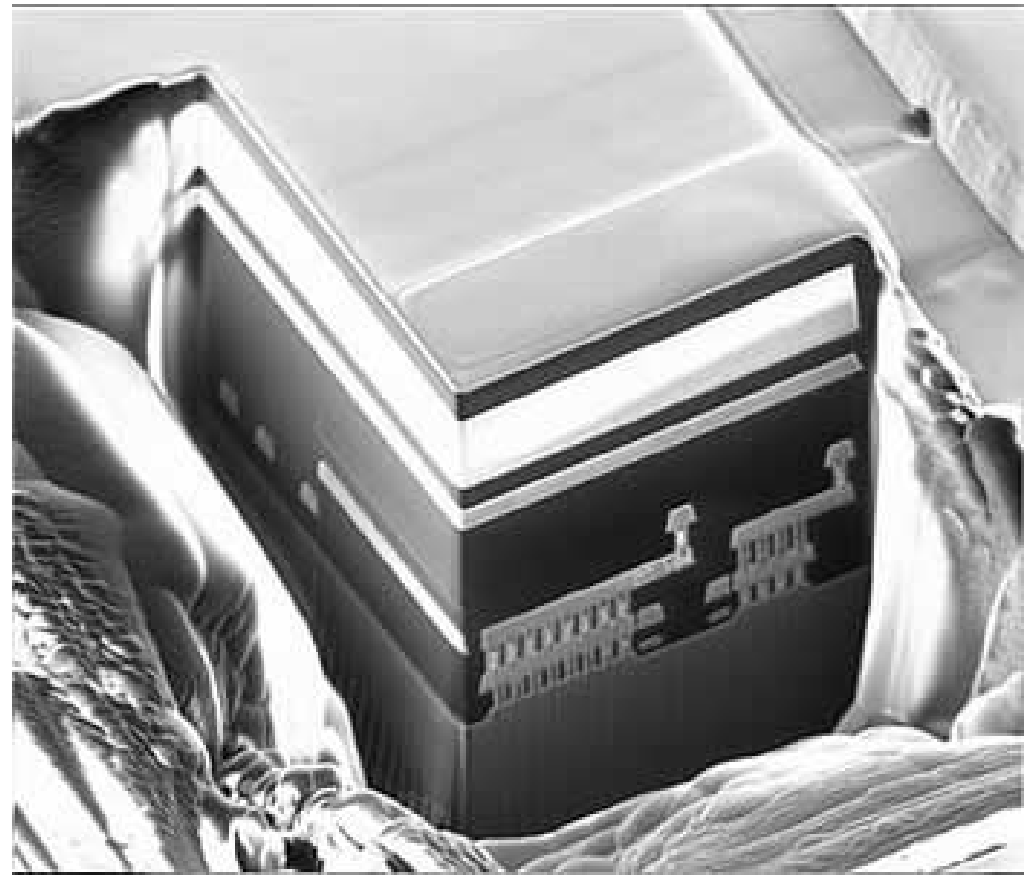
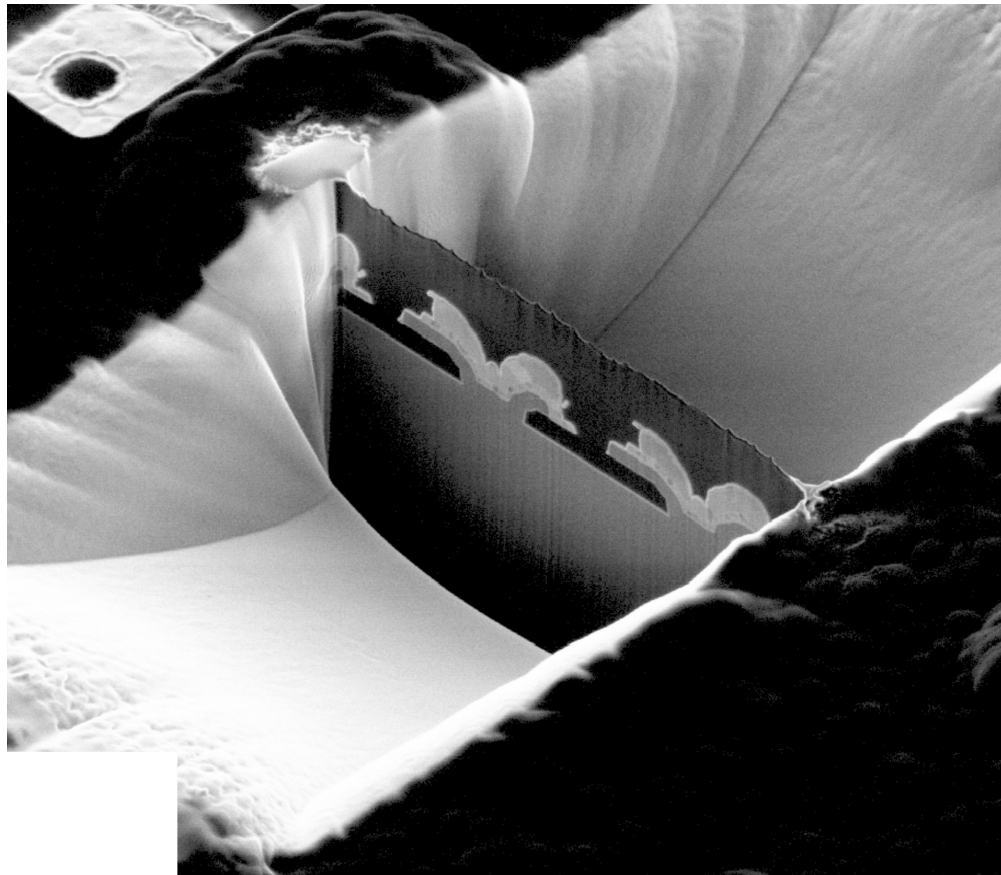


## Exemple : Cross section

---

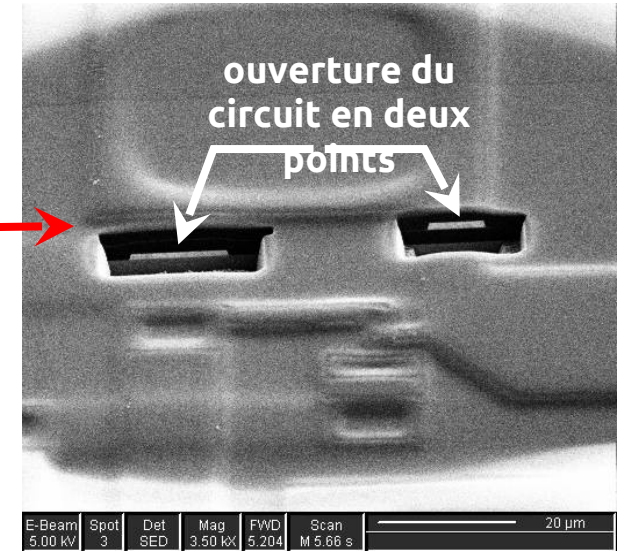
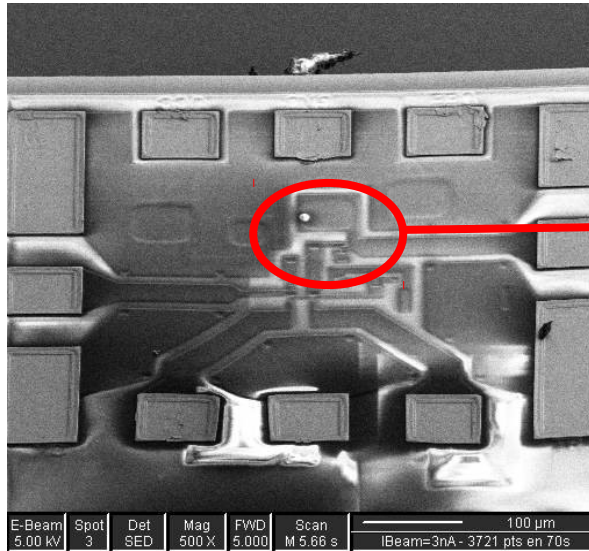
Gravure FIB permettant l'observation d'une section perpendiculaire à la surface

- contrôle d'épaisseur
- contrôle de morphologie ...

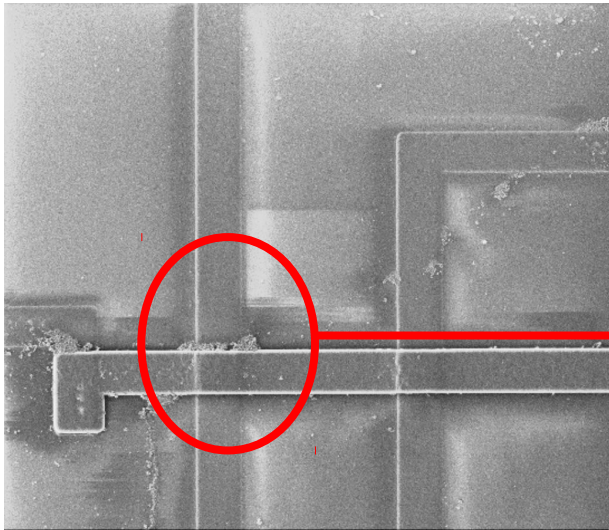


# Exemple : Modification de circuit

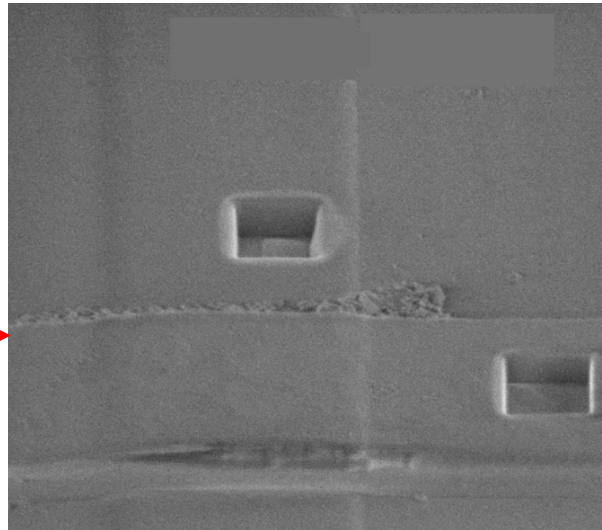
Circuit ouvert :  
gravure de la couche de  
passivation et de la ligne d'or



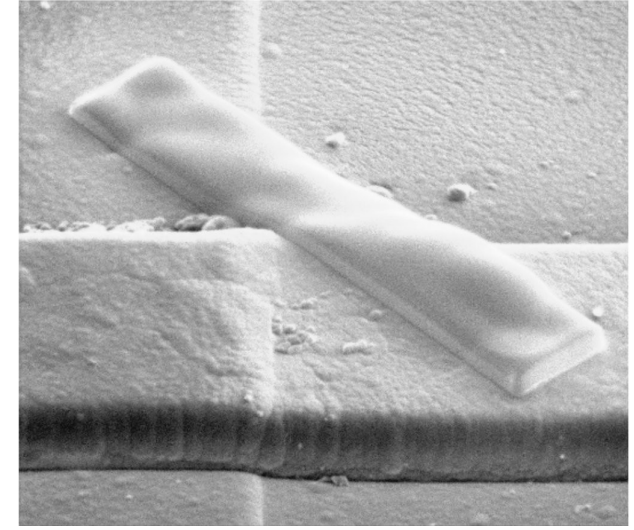
Court circuit : jonction entre deux lignes d'or



Avant modification



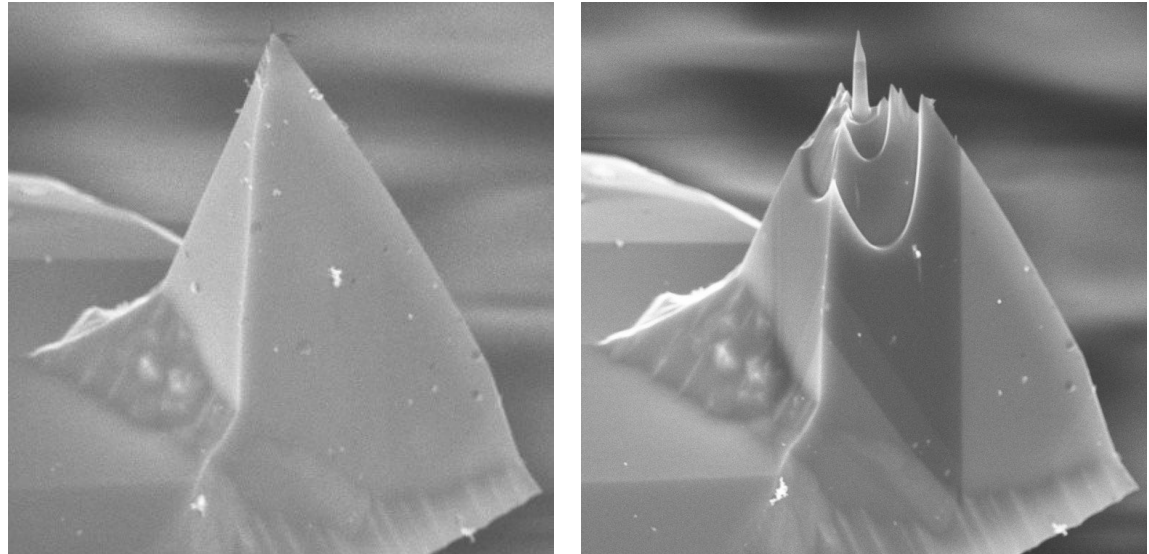
Gravure de la couche isolante



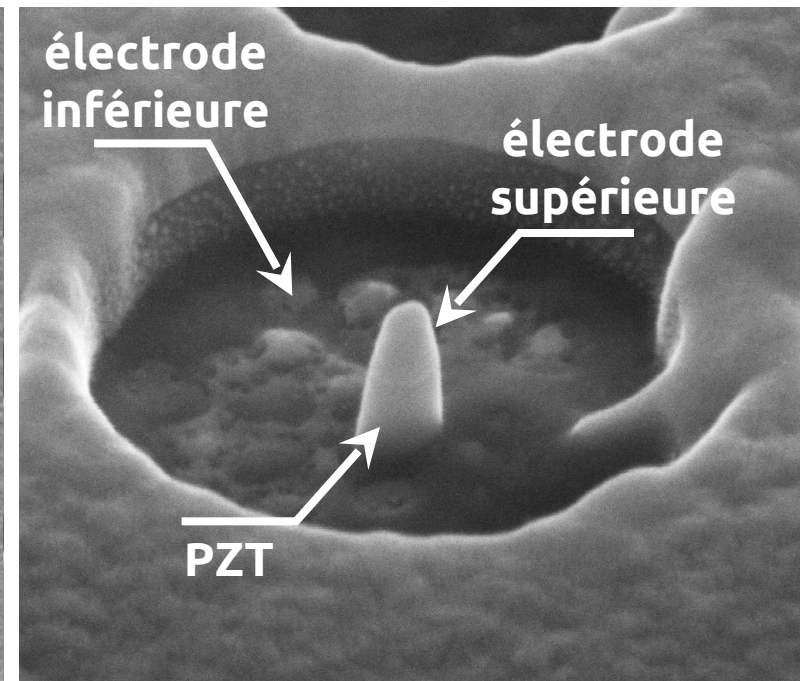
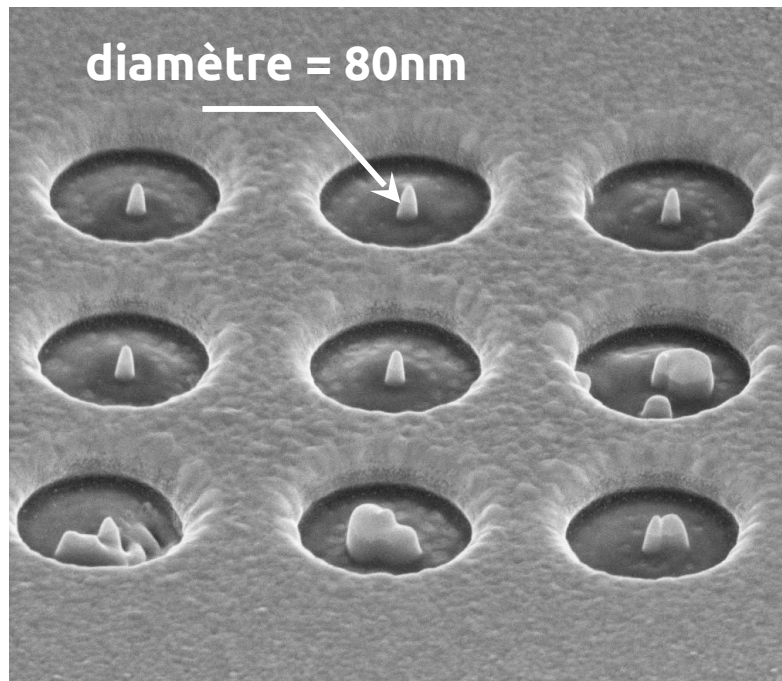
Dépôt de Platine

# Exemple : Micro et nano fabrications

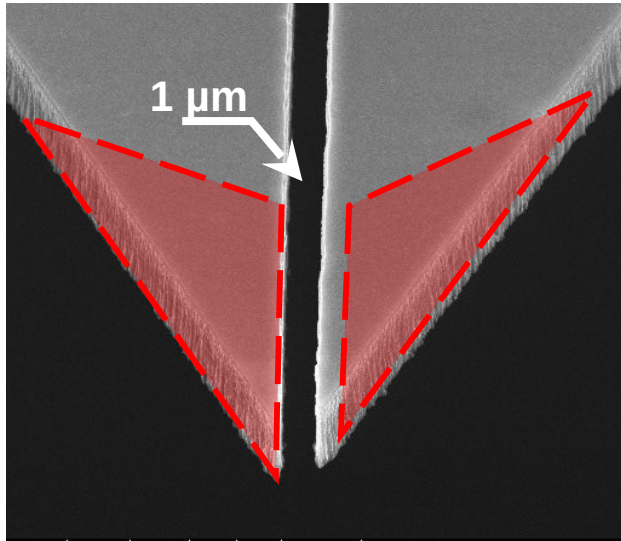
Nettoyage et affinage  
d'une pointe AFM



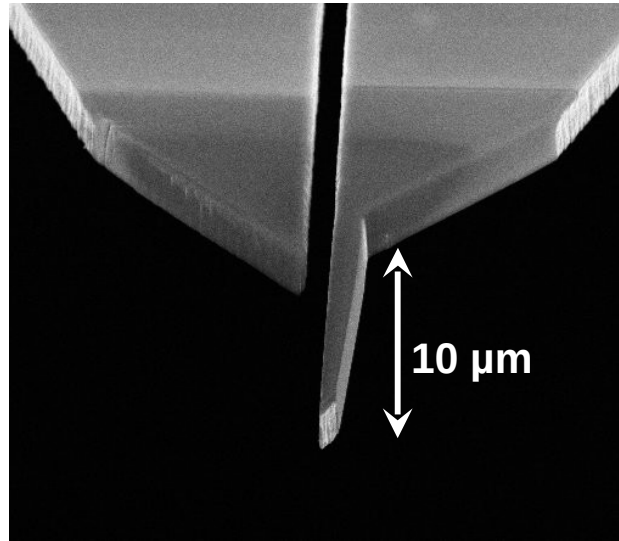
Gravure d'une  
matrice de plots  
de PZT



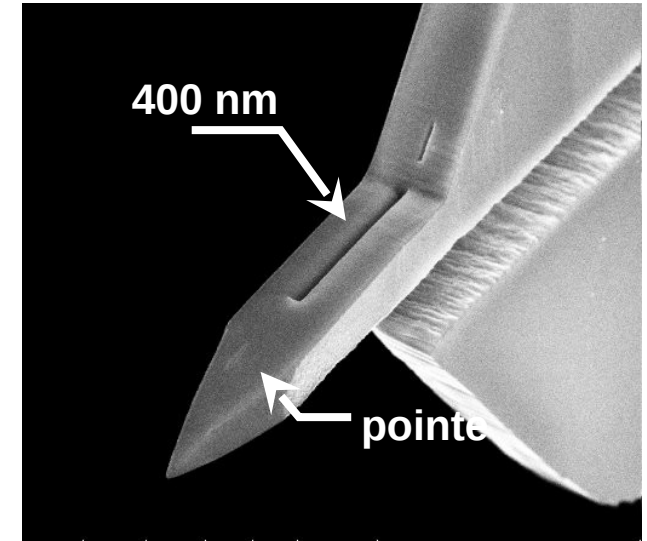
# Exemple : Micro et nano fabrications



Plume micrométrique originale :  
Capillaire = 1 μm

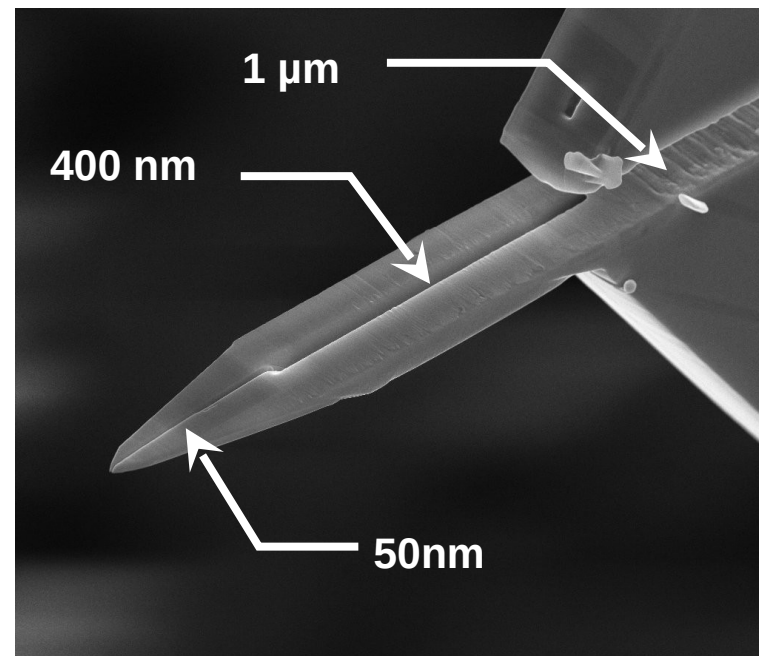


Gravure pointe de 10 μm

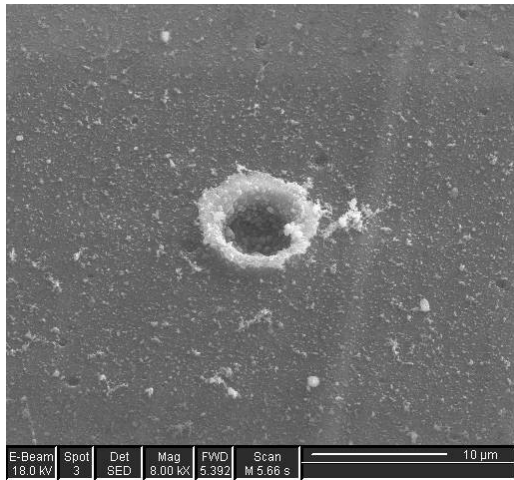


Gravure pointe + capillaire (400nm)

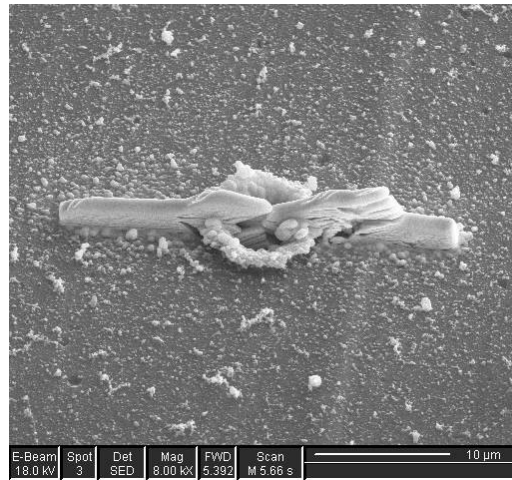
Plume nanométrique finale :  
capillaire = 50nm



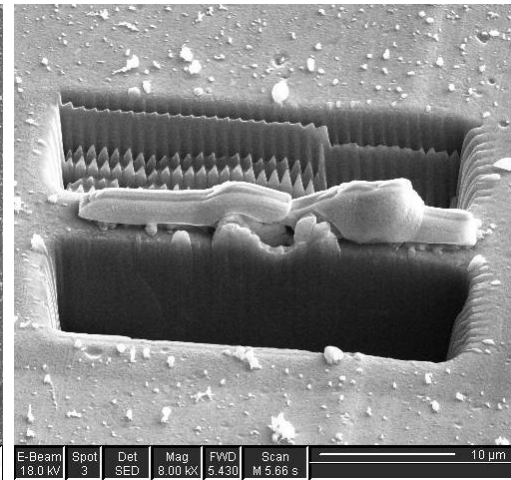
# Exemple : Préparation pour la microscopie en transmission



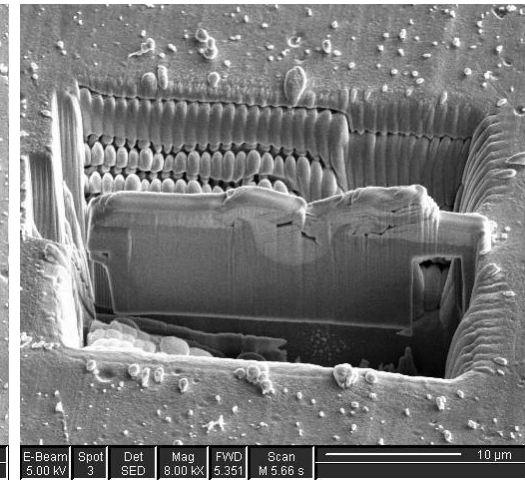
localisation de la zone d'intérêt



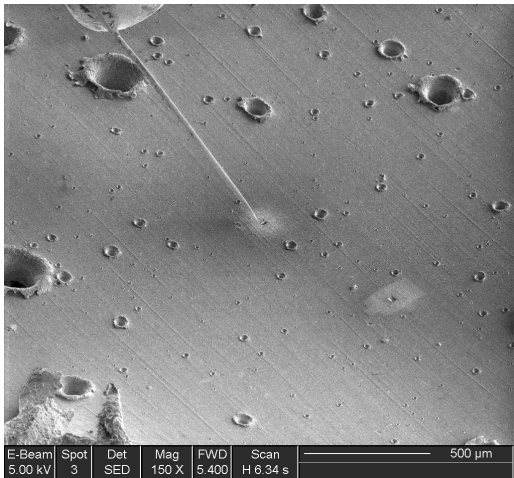
dépôt d'une couche de protection



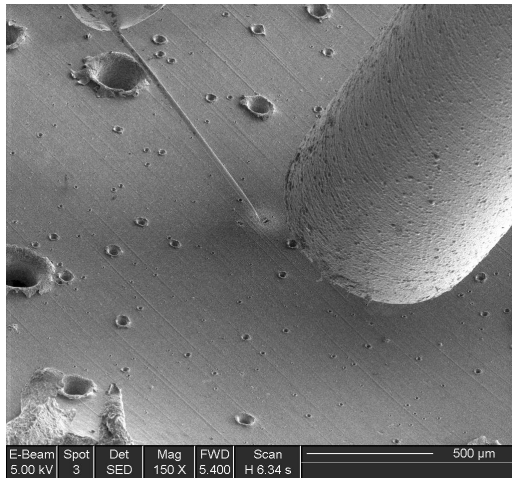
gravure grossière - courant fort



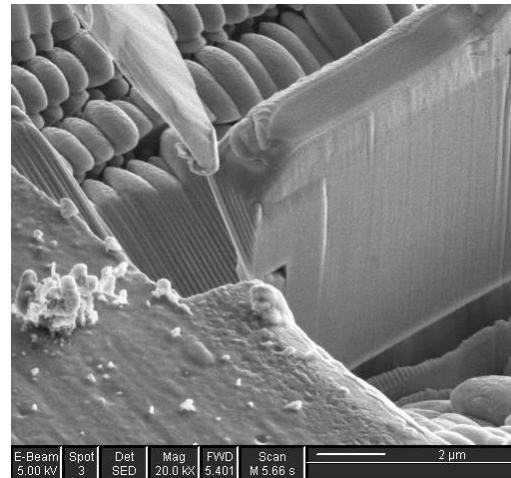
pré-découpe de la lame



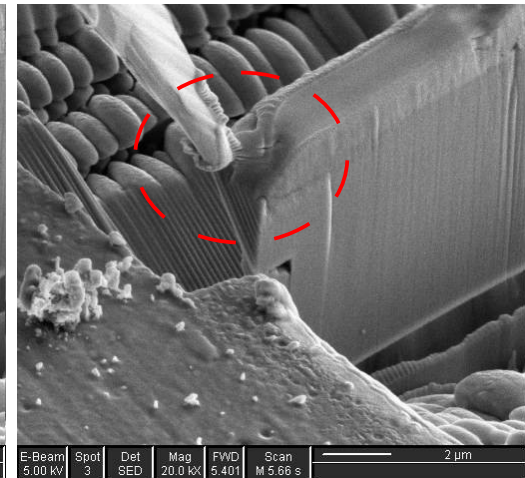
Approche du micro-manipulateur



Insertion canule d'injection de gaz

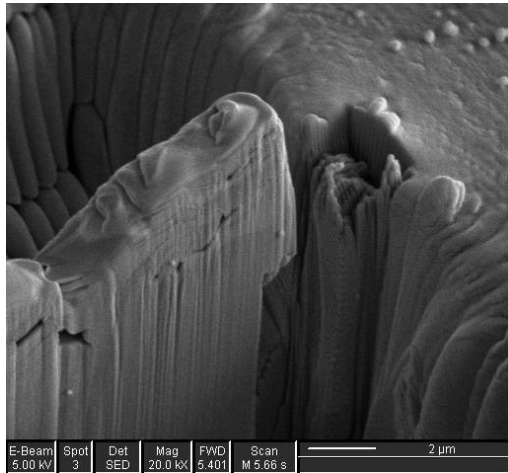


contact pointe - lame

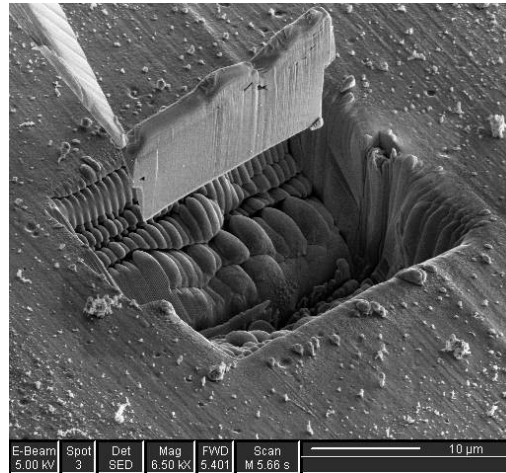


dépôt de platine entre la pointe et la lame

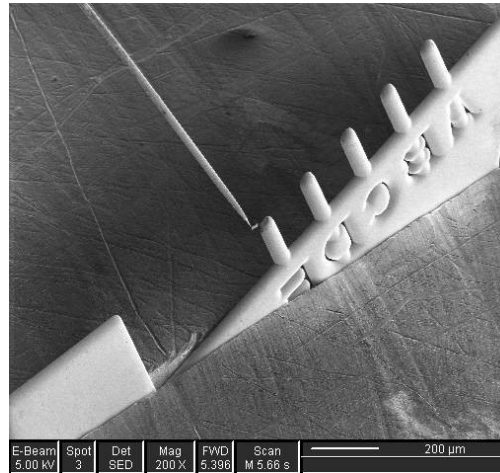
# Exemple : Préparation pour la microscopie en transmission



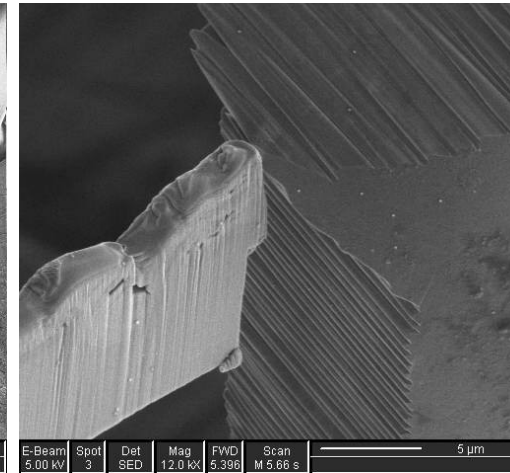
désolidarisation  
Lame - échantillon



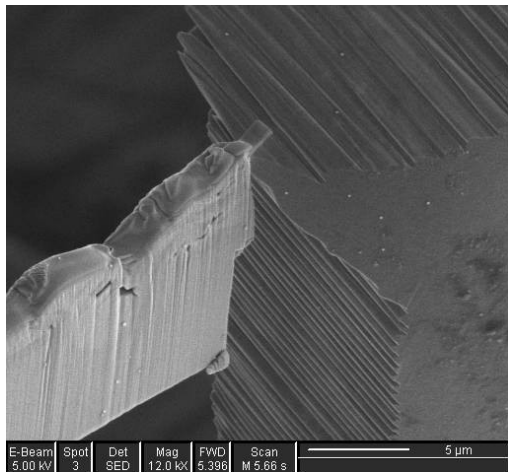
extraction de la lame



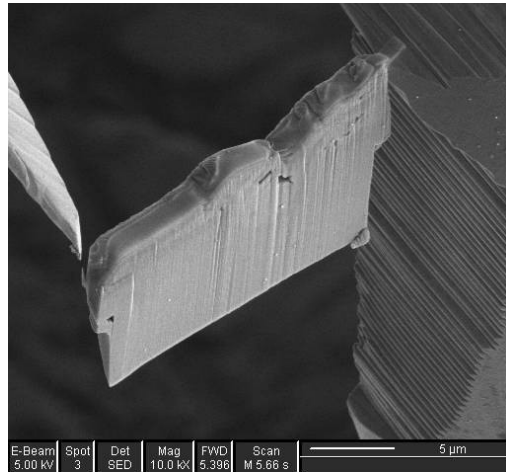
transfert de la lame  
vers la grille TEM



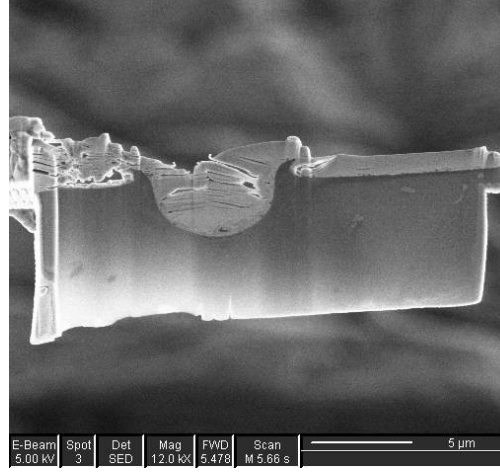
contact lame - grille TEM



dépôt de platine entre  
la lame et la grille



désolidarisation  
lame - pointe



Amincissement jusqu'à la  
transparence électronique

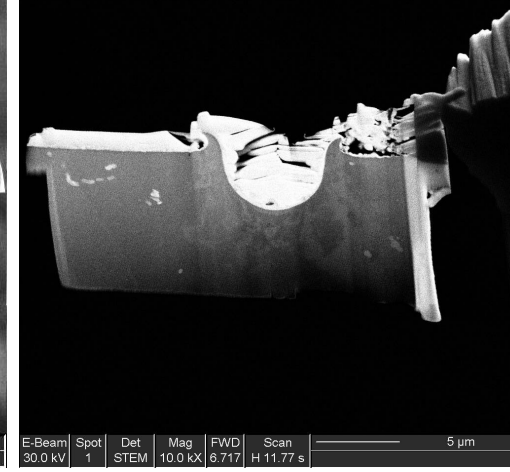


Image en transmission  
(détecteur STEM)

# Exemple : Reconstruction 3D

Gravure FIB et acquisition d'images MEB successives permettant la reconstruction en 3 dimensions de l'objet observé (après traitement d'image)

