

Ecole d'été de microscopie électronique à balayage et de microanalyses
Cité scientifique de Lille, du 2 au 6 juillet 2012

STAGE NIVEAU 1 - TD MEB Image (durée 3^h)

Coordinateurs : Rachel Martin, Francine Roussel, Frédéric Charlot

Consortium des Moyens Technologiques Communs
Grenoble INP - CMTC, 1260 rue de la piscine - BP 75, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex

rachel.martin@cmtc.grenoble-inp.fr
francine.roussel-dherbey@cmtc.grenoble-inp.fr
frederic.charlot@cmtc.grenoble-inp.fr

Ce TD sera constitué de quatre parties :

14h15 - 15h45	Partie 1	L'optimisation d'une image électronique
	Partie 2	La profondeur de champ
16h30 - 18h	Partie 3	L'imagerie en électrons rétrodiffusés
	Partie 4	L'imagerie en mode pression contrôlée

Attention : En fonction de la nature des instruments (à pression contrôlée ou non), les parties 2 et 4 peuvent s'inverser dans le déroulement de l'après midi (de 14h15 à 15h45 ou de 16h30 à 18h).

Le symbole © indique des questions supplémentaires qui permettront, si le temps le permet, aux moniteurs et aux stagiaires d'aller un peu plus loin dans ce TD.

1. Partie 1 : L'optimisation d'une image électronique

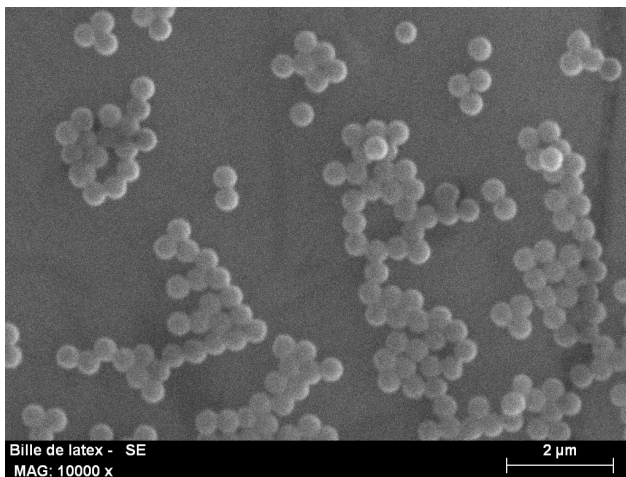
Le TD consacré à l'instrument a permis de se familiariser avec le principe de formation des images à l'aide d'un microscope électronique à balayage. L'objectif de ce TD dans la première partie est de réaliser une image en électrons secondaires nette à fort grandissement en optimisant la colonne électronique.

1.1. Les échantillons.

Pour cette partie, les échantillons à observer seront des poudres. Deux échantillons différents de poudre sont à utiliser :

La poudre référencée Echantillon A (figure 1a) est constituée de billes de latex d'un diamètre d'environ 400 nm. Les billes ont été directement posées sur le plot en aluminium. Une métallisation a été réalisée (15 nm de Carbone + 1 nm d'AuPd) afin d'assurer une bonne conduction électrique. Cette poudre sera utilisée principalement avec les microscopes conventionnels (MEB W).

La poudre référencée Echantillon B (figure 1b) est une poudre d'alumine industrielle utilisée dans l'élaboration de pièce céramique par métallurgie des poudres. Elle est constituée d'agglomérats ayant une distribution large de taille (comprise entre 10 et 100 μm). Ces agglomérats sont en fait constitués de grains élémentaires nanométriques (< 100 nm). Cette poudre est faiblement conductrice et a donc aussi été métallisée uniquement avec un dépôt de Platine de 1 nm. Cet échantillon sera utilisé principalement mais pas exclusivement sur les microscopes à effet de champ (MEB FEG).



*Figure 1 a Echantillon A
Bille de Latex
dans un MEB W.*

G x10000

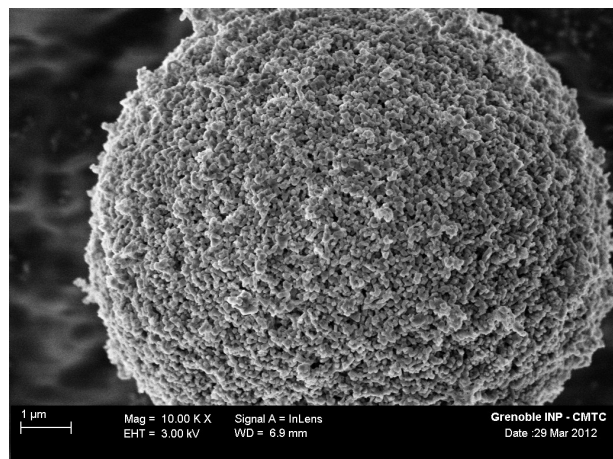
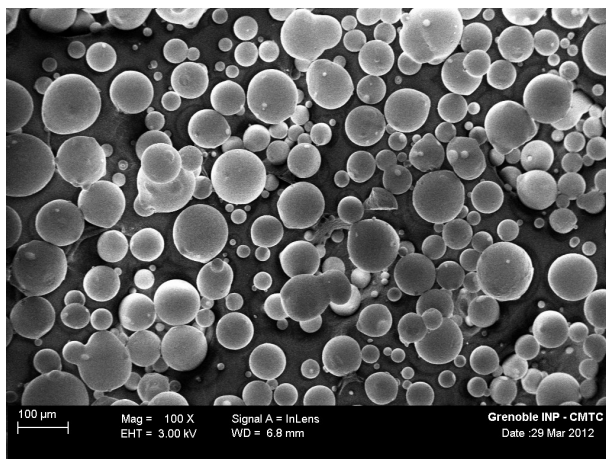


Figure 1b : Echantillon B – MEB FEG à deux grossissements différents (G x100 et x10000)

Figure 1 : Image en électrons secondaires des échantillons A (1a) et B (1b)

Question © : Pourquoi a-t-on métallisé les échantillons A et B ? Pourquoi la préparation est-elle différente pour les deux échantillons sachant que l'un est principalement observé dans un MEB W et l'autre dans un MEB FEG ?

1.2. La notion de résolution.

En pratique :

- Décrire les spécificités du MEB sur lequel vous allez réaliser ce TD.

En particulier s'agit-il d'un microscope conventionnel (MEB W) ou à effet de champ (MEB FEG) ? Quels sont les différents détecteurs d'électrons secondaires (dans la chambre et/ou dans la colonne) ?

Attention : Cette partie du TD est à réaliser en mode Haut Vide même si vous avez à disposition un MEB Pression Contrôlée.

- Mettre en route l'appareil. Obtenir une première image en électrons secondaires avec le détecteur latéral dit Everhart et Thornley avec une tension d'accélération élevée (15 – 20kV). Choisir des conditions d'imagerie pour de faible grandissement à savoir suivant le type de MEB sur lequel vous faites ce travail : *Grande distance de travail, Faible excitation du condenseur* ou/et *large diaphragme* induisant une large taille de sonde.

Pour les microscopes équipés d'un détecteur d'électrons secondaires dans la colonne, il pourrait être judicieux de parcourir les différents points de ce TD en réalisant à chaque fois une image avec le détecteur Everhart et Thornley et une avec le détecteur dans la colonne en prenant soin d'expliquer les différences (cf paragraphe 1.6).

- Grandir⁽¹⁾ jusqu'à x10000 dans le cas où le TD se déroule sur un MEB W avec l'échantillon A et jusqu'à x100000 dans le cas d'un MEB FEG sur l'échantillon B.

⁽¹⁾ Les grandissements indiqués dans ce TD sont des valeurs dont la référence est la dimension d'une photographie Polaroid et non pas la taille de l'écran d'observation.

- Commenter l'image réalisée dans ces conditions :
L'image est elle Nette ? Focalisée ? Bruitée ?
Lors de ce premier réglage, les objets présents dans le champ ont-ils une position stable lors d'un changement de focalisation ?

Dans le cas où le réglage de la focalisation ne permet pas d'obtenir une image nette à l'œil, le critère de résolution n'est pas atteint pour cette condition de réglage du MEB. Il va falloir agir pour, si possible, améliorer l'image.

La résolution est directement reliée (figure 2)

(i) au faisceau focalisé à la surface de l'échantillon au travers de la taille du diamètre du faisceau. Nous parlerons alors de diamètre de faisceau, taille de sonde, taille du spot.

(ii) à la zone d'émission électronique issue de l'échantillon. Nous parlerons alors de diamètre de la zone d'émission ou de point image.

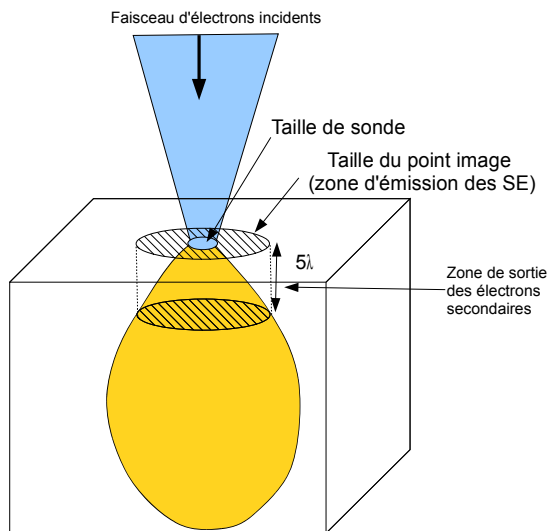


Figure 2 : Schéma de principe des zones bombardées par les électrons et les zones d'émissions. 5λ correspond à la profondeur de sortie des électrons secondaires. λ est le libre parcours moyen.

- Discuter de la résolution en vous appuyant sur l'annexe 1.

1.3. Adapter la bonne taille de sonde.

Le rôle de la colonne électronique du MEB est de former une image réelle du cross-over ⁽²⁾ à la surface de l'échantillon. La dimension de cette image correspond à la taille de sonde. Il est possible de faire varier la dimension de cette sonde électronique en faisant varier les caractéristiques de cette colonne (figure 3).

⁽²⁾ Attention certaines colonnes peuvent avoir un cross-over virtuel.

- Définir le cross-over. Discuter de ses dimensions en fonction du type de microscope et comparer les à quelques valeurs présentées dans l'annexe 1.
- Commenter le principe « optique » d'une colonne électronique (loi des lentilles minces, distance focale, ...). En déduire la méthode pour réduire la taille de sonde (relation entre excitation d'une lentille électromagnétique et la distance focale).

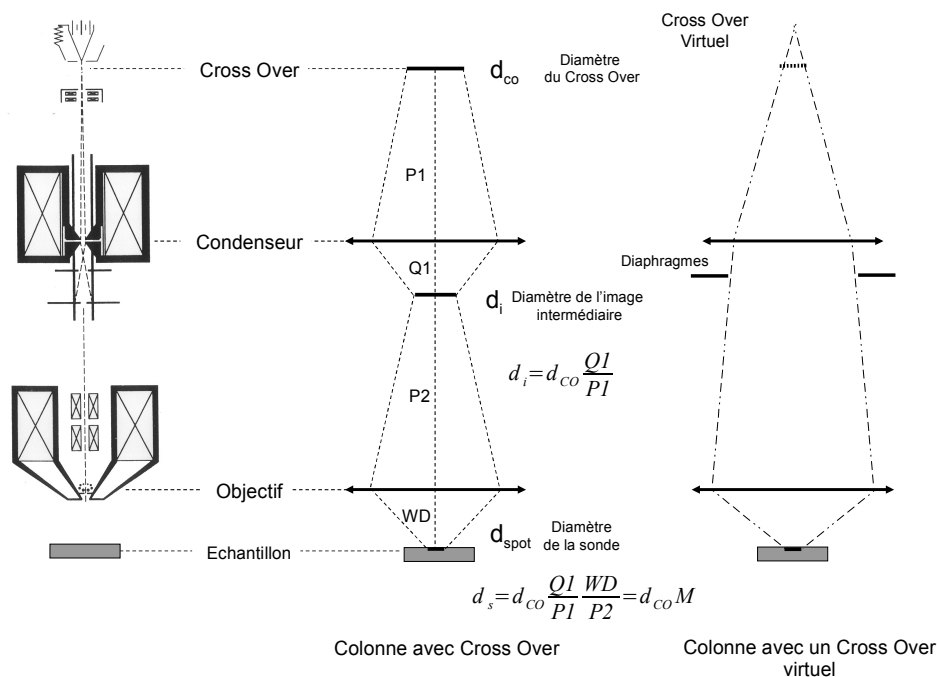


Figure 3 : Schéma de principe d'une colonne électronique classique avec cross-over et d'une colonne avec un cross-over virtuel. Mise en évidence de la relation liant la taille du cross-over et la taille de sonde.

En pratique :

- Modifier l'excitation du condenseur dans le cas d'une optique de colonne avec cross-over. Commenter l'image, en particulier l'évolution du contraste de l'image lors du changement d'excitation en vous appuyant sur la figure 4. Dans le cas d'une colonne avec un cross-over virtuel, modifier l'ouverture du diaphragme et passer du mode fort à faible courant, commenter.
- Modifier la distance de travail. Commenter l'image.

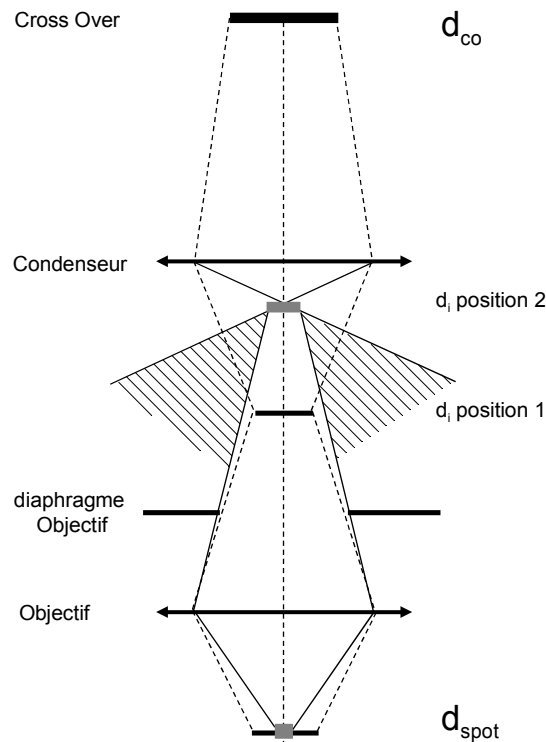


Figure 4 : Construction d'une image du cross-over dans le cas de deux excitations différentes du condenseur.

- L'image est-elle alors parfaite ?
Si non, focaliser et défocaliser périodiquement un objet circulaire au centre de l'image et observer ce qu'il se passe.
(i) Si cet objet se déplace, corriger ce défaut en suivant le protocole énoncé au paragraphe 1.4.
(ii) Si cet objet se déforme (distorsion de l'image selon deux directions), corriger ce défaut en suivant le protocole énoncé au paragraphe 1.5.

1.4. Réglage de la colonne.

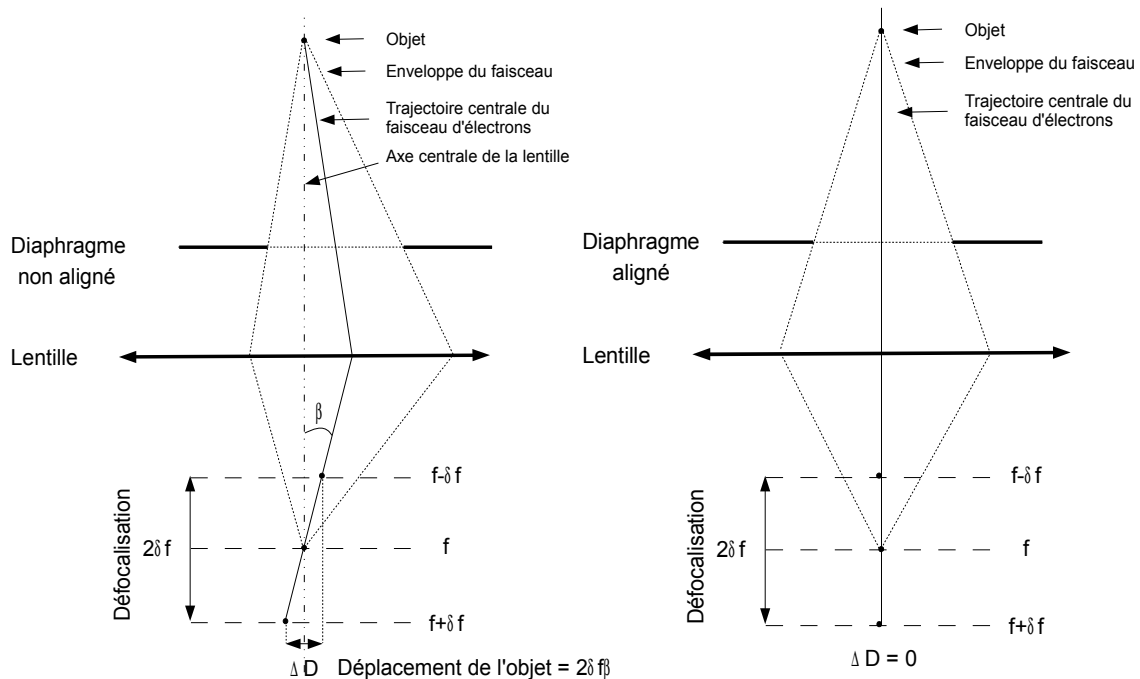
Dans le cas où, lors d'une focalisation et défocalisation périodiquement autour d'un objet circulaire au centre de l'image, cet objet se déplace, les trajectoires du faisceau d'électrons ne sont pas parfaitement alignées suivant l'axe optique de la colonne.

- Vérifier l'alignement du canon.
- Vérifier l'alignement du diaphragme objectif (adaptez-vous à la spécificité de l'appareil)

Afin de pouvoir agir sur les réglages mécaniques (ou électroniques) du diaphragme contrôlant son centrage sur l'axe optique, un accessoire, le Wobbler (ou modulateur), est mis en action. Il permet automatiquement de focaliser et défocaliser.

- Discuter du fonctionnement du Wobbler.
- Comprendre pourquoi l'objet bouge sur l'image en raison d'un désalignement du diaphragme objectif lors d'une focalisation-défocalisation périodique (figure 5).
- Quel est le signe qui montre que le diaphragme est parfaitement aligné ?

Question © Comment fonctionne ce Wobbler sur l'instrument du TD ? Est-ce un changement de l'excitation de la lentille objectif ou une autre variation périodique ?



Cas d'un diaphragme non aligné

Déplacement de l'objet lors d'une défocalisation

Cas d'un diaphragme aligné

Pas de déplacement de l'objet lors d'une défocalisation

Figure 5 : Schéma optique du trajet des électrons lors d'un désalignement ou non du diaphragme objectif.

1.5. Eliminer les aberrations optiques de la colonne.

Les lentilles électromagnétiques ne sont pas parfaites comme dans le cas des lentilles optiques. Des aberrations existent et conduisent à un élargissement du diamètre de la sonde à la surface de l'échantillon, donc à une perte de résolution. Nous parlerons de cercle de confusion pour désigner la zone d'élargissement due à une aberration.

Si l'on suppose que l'intensité électronique à la surface de l'échantillon est répartie suivant une distribution gaussienne alors le diamètre « vrai » de la sonde, c'est à dire sans les aberrations, est le diamètre correspondant à la largeur à mi-hauteur de l'étalement de l'intensité. Il sera noté diamètre gaussien d_G . Ce diamètre gaussien peut être estimé, connaissant la brillance du faisceau β (en $\text{Acm}^{-2}\text{sr}^{-1}$), son ouverture angulaire α et le courant maximale de la sonde i_0 à l'impact du faisceau sur l'échantillon, par la relation :

Eq. 1
$$d_G = \sqrt{\frac{4i_0}{\beta \pi^2 \alpha^2}}$$

Il existe plusieurs types d'aberrations entraînant un élargissement du faisceau, à savoir l'aberration sphérique, chromatique, de diffraction et d'astigmatisme principalement. L'annexe 2 fait une description de ces aberrations. Toutes participent à l'élargissement de la taille de sonde vraie à la surface de l'échantillon. Il en résulte que la taille de sonde vraie en prenant en compte ces aberrations est la somme quadratique de tous ces termes :

$$\text{Eq. 2} \quad d_{\text{sonde}}^2 = d_G^2 + d_S^2 + d_a^2 + d_d^2 + d_C^2$$

- Commenter ces différents types d'aberration.

Il est important de souligner que les constructeurs font des choix technologiques permettant de limiter les aberrations telles que sphéricité, chromaticité (en fonction du type de microscope), diffraction.

L'astigmatisme est dû essentiellement au défaut de symétrie de la lentille objectif, cependant un mauvais alignement, une contamination des diaphragmes dans la colonne peuvent être une source d'astigmatisme.

L'astigmatisme est une aberration qui peut être corrigée grâce à un dispositif présent dans la lentille objectif qu'on appelle l'octopôle (figure 6).

- Comment fonctionne t'il ? Pourquoi est-il positionné dans la lentille objectif ?

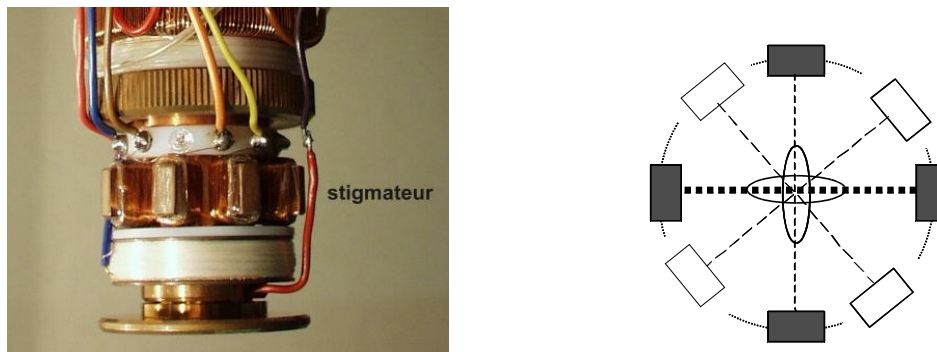


Figure 6 : Stigmatteur. Principe et positionnement.

1.6. Optimiser la « résolution » (!).

Les images ont été actuellement réalisées à haute tension et principalement avec le détecteur Everhart et Thornley.

Quels sont les moyens de mieux observer ces échantillons ?

Pour les microscopes équipés de détecteur dans la colonne (MEB FEG), que se passe-t'il si l'image en électrons secondaires est obtenue à partir d'un détecteur dans la colonne ?

Commenter les images en terme de contraste-brillance, en terme de résolution sur l'image.

Pourquoi la détection influe-t' elle sur la résolution de l'image ? Pour répondre aidez-vous de la figure 7 ?

Varié la tension d'accélération de 20kV à 5kV sur un MEB W. Commenter les images obtenues.

Si le TD est réalisé sur un MEB FEG, réalisez une image une tension inférieure à 5 kV.

Commenter l'image en terme de contraste-brillance, de finesse, avez vous plus d'information de surface ?

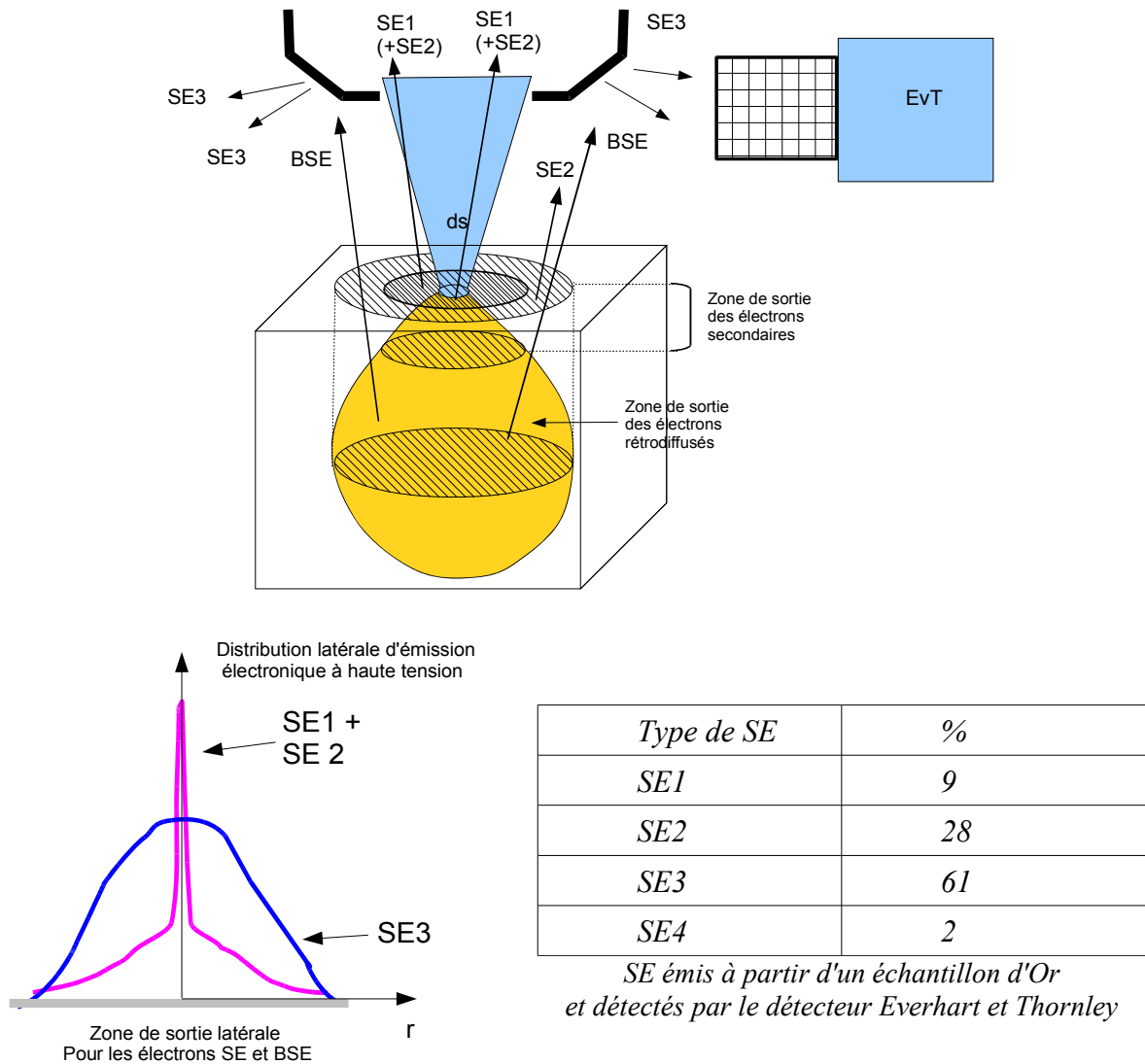


Figure 7 : Schémas de principe sur l'émission des électrons secondaires et rétrodiffusés. Répartition des différents électrons secondaires émis d'après Peters 1984

2. Partie 2 : La profondeur de champ.

2.1. L'échantillon.

L'échantillon utilisé pour mettre en évidence la profondeur de champ dans un microscope électronique est une mousse de nickel (figure 8).

Il s'agit donc d'un échantillon conducteur. Cette structure est fabriquée en déposant environ 10 micromètres de nickel sur une mousse de polyuréthane réticulée. Un traitement thermique sous air vers 600°C est ensuite appliqué pour éliminer le polymère. Il est suivi d'un recuit à 1000°C sous atmosphère réductrice pour assurer la tenue mécanique.

Il existe de nombreux modèles de mousses de nickel se distinguant par la dimension des pores, le taux de porosité, l'épaisseur de la feuille... Les mousses de nickel sont utilisées entre autres comme supports d'électrodes de batteries NiMH, batteries que l'on retrouve dans les ordinateurs portables, les téléphones cellulaires ou encore les véhicules hybrides.

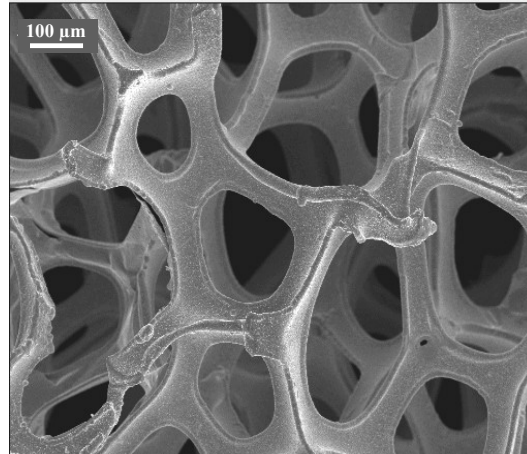


Figure 8 : Vue globale de l'échantillon de mousse de nickel

2.2. Mise en évidence de la profondeur de champ.

La profondeur de champ est le débattement en z possible sans perte de focalisation (cela correspond à la distance où l'accroissement du diamètre du faisceau de part et d'autre de la focalisation reste inférieur à la résolution nécessaire) (figure 9 et 10).

Elle dépend de l'angle d'ouverture du faisceau c'est-à-dire à la fois du diamètre du diaphragme final et de la distance de travail pour un grandissement donné.

En pratique :

- Réaliser une image en électrons secondaires à haute tension (15kV, 20 kV)
- Choisir un grandissement fixe de G x 400.
- Centrer à l'image une zone à fort relief de l'échantillon, par exemple une pointe de la mousse de nickel.
- Tester différentes configurations où la profondeur de champ peut varier (figure 11) :
 - Image à profondeur de champ maximale : positionner le porte-objet à la distance de travail la plus grande et/ou mettre le diaphragme objectif le plus petit, constater la netteté des arrières plans.
 - Image à profondeur de champ minimale : rapprocher l'échantillon au plus près des pièces polaires (Attention à ne pas les heurter !), introduire un diaphragme objectif de diamètre le plus grand, mettre au point et constater que les arrières plans sont flous.
 - Comparer avec le mode "profondeur de champ" du MEB s'il existe.

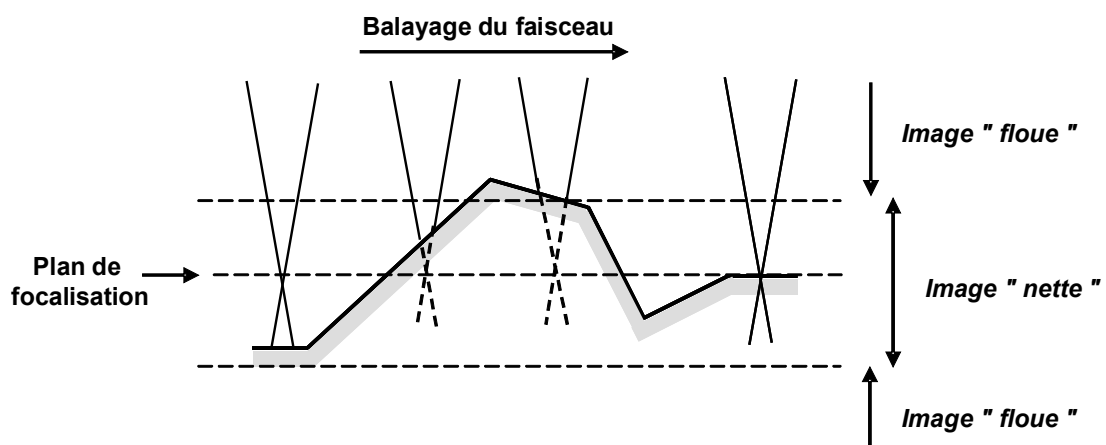


Figure 9 : Principe de la profondeur de champ.

Schéma selon « Pratique du microscope électronique à balayage » Edition ANRT, Paris, (1985)

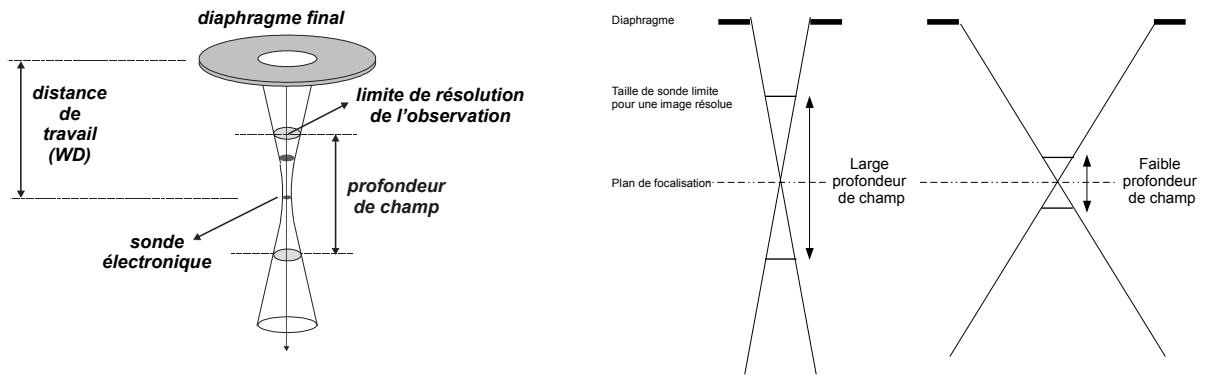


Figure 10 : Schémas de principe sur l'origine de la profondeur de champ.

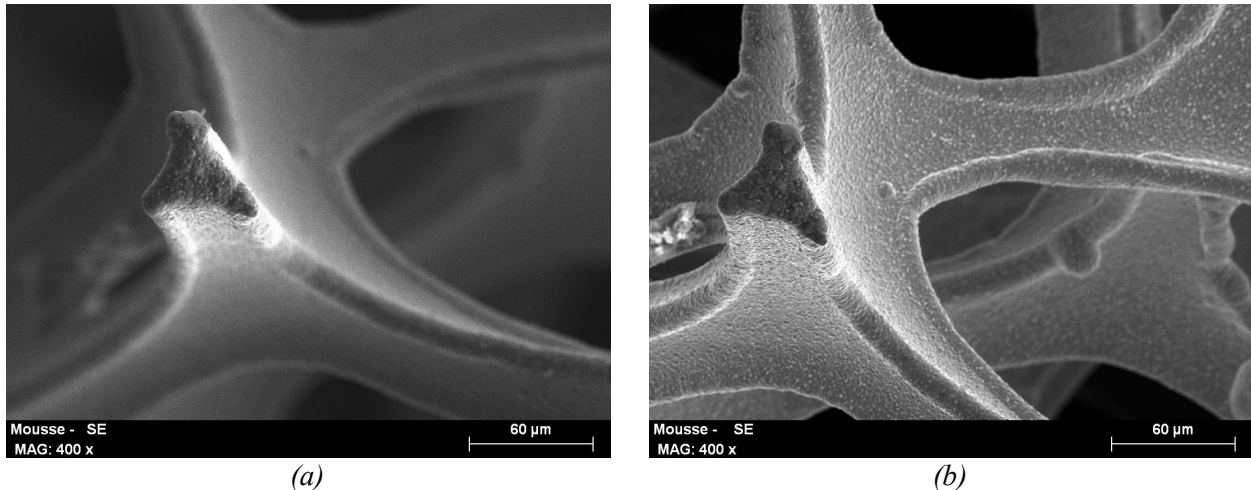


Figure 11 : Observation de la mousse de Nickel dans deux conditions particulières, à savoir une faible profondeur de champ avec une distance de travail faible et un grand diaphragme objectif (a) et une importante profondeur de champ où la distance de travail est grande et le diaphragme petit.

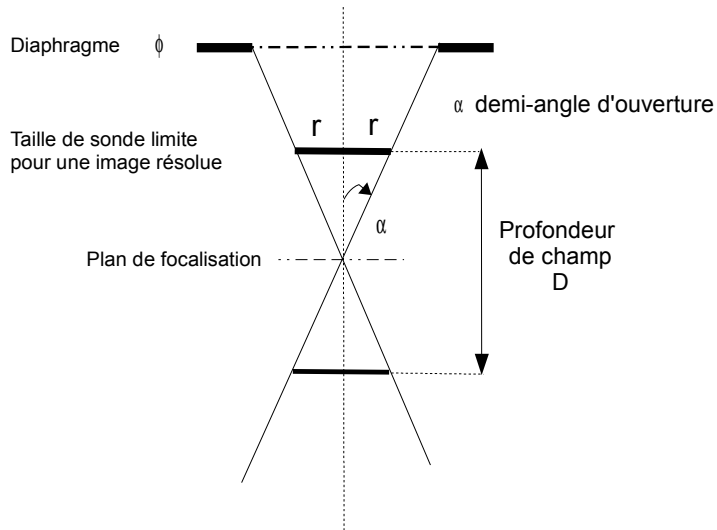
Question ☉ : Est-ce que la profondeur de champ varie en fonction du grandissement ?

Pour un grandissement G donné, il existe une taille de sonde optimale où l'image est dite résolue. Cette image résolue doit vérifier le critère de résolution lié à la résolution de notre œil, à savoir un point image de $0,1$ mm sur une image de la taille d'un polaroid (100 mm). Si ce critère n'est pas respecté, l'image sera floue.

La taille de pixel sur l'échantillon, noté r , est liée à la taille du pixel de l'image (ou de l'écran de contrôle), noté R , via le grandissement G (eq. 3). R est égale à 0.1 mm.

Il est convenu d'estimer que le critère de résolution est respecté tant qu'il n'y a pas une superposition sur plus de deux pixels de la taille de sonde.

La profondeur de champ D (figure12) est alors exprimée par les équations 4 et 5 en introduisant l'expression du demi-angle d'ouverture α .



$$\text{Eq 3 : } G = \frac{L_{\text{image}}}{l_{\text{échantillon}}} = \frac{R}{r}$$

$$\text{Eq 4 : } D = \frac{2r}{\alpha} = \frac{2R}{G\alpha}$$

$$\text{Eq 5 : } D = \frac{2r}{\alpha} = \frac{0,2WD}{G\Phi}$$

avec G Grandissement, D profondeur de champ en mm, WD Working Distance en mm, Φ diaphragme en mm, R taille du pixel image (= 0,1mm), r taille du pixel échantillon.

Figure 12 : Estimation de la profondeur de champ à un grandissement donné.

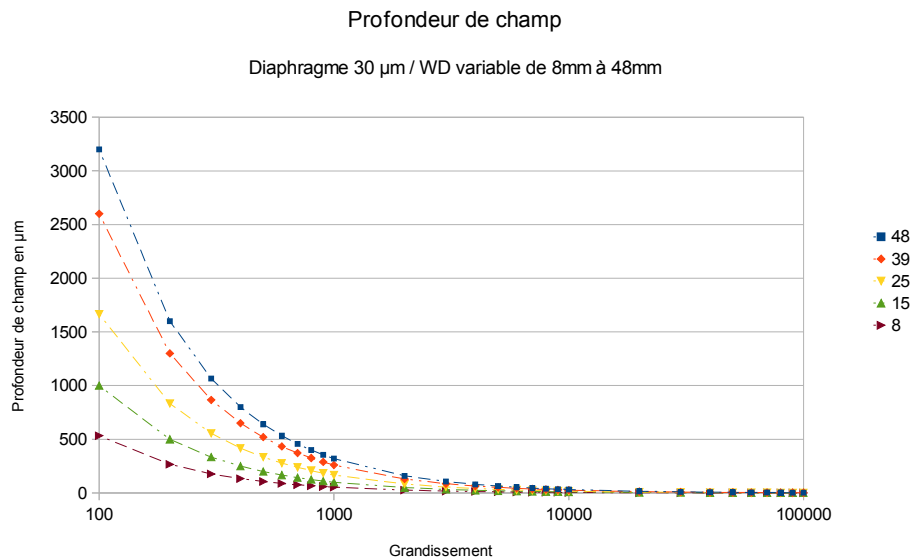


Figure 13 : Valeur de profondeur de champ à différents grandissements (référence polaroid)

3. Partie 3 : Imagerie en électrons rétrodiffusés

L'objectif de cette session est de se familiariser avec la formation des images en utilisant comme signal l'émission des électrons rétrodiffusés.

3.1. Rappel succinct sur l'émission des électrons rétrodiffusés.

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons du faisceau incident, dits électrons primaires, ayant subi une succession de diffusions élastiques à l'intérieur de l'échantillon, la cible, qui leur permet de ressortir par la surface d'entrée des électrons incidents.

Le rendement d'émission des électrons rétrodiffusés est fonction du numéro atomique de la cible (figure 14). Le contraste obtenu est un contraste chimique.

La forme générale de la distribution d'énergie des électrons rétrodiffusés est donnée par la figure 15.

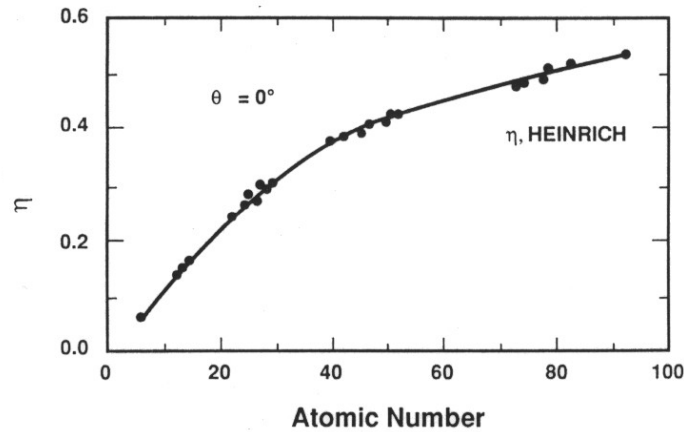


Figure 14: Evolution du rendement de rétrodiffusés en fonction du numéro de la cible.

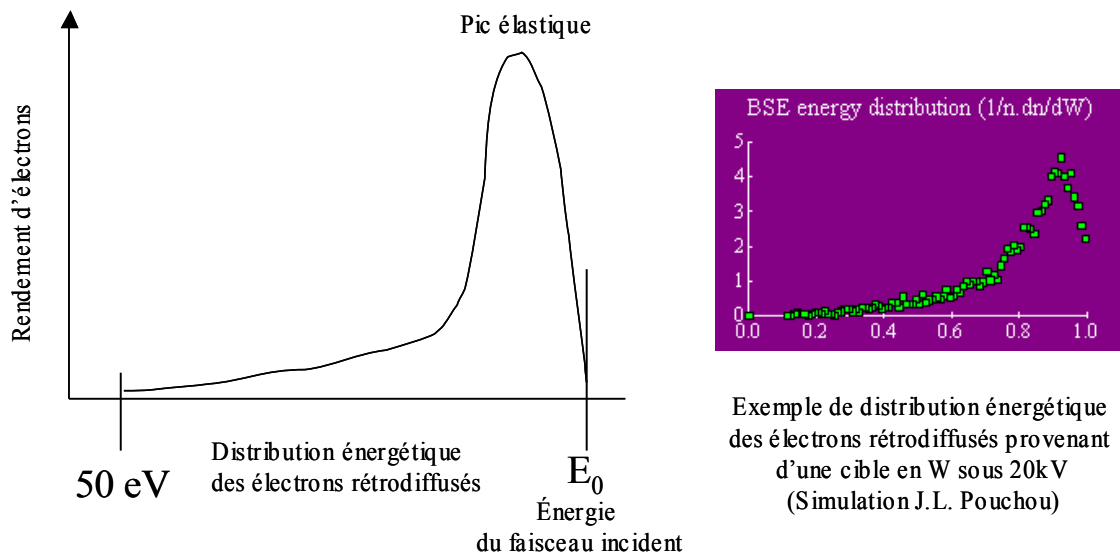


Figure 15 : Distribution énergétique des électrons rétrodiffusés.

3.2. Les types de détecteur.

La détection des électrons rétrodiffusés dans la chambre du microscope conventionnel est d'un principe différent de celle des électrons secondaires ⁽¹⁾.

- Les détecteurs collectent les électrons rétrodiffusés se trouvant dans l'angle solide de ce dernier. Il n'y a pas de grille de collection permettant d'attirer les électrons vers la surface de détection.
- La position de ces détecteurs dans une utilisation courante est sous les pièces polaires de la lentille objectif.

⁽¹⁾ Dans le cas d'une détection d'électrons rétrodiffusés dans la colonne qui se rencontre actuellement dans les microscopes à effet de champ, les principes de détection peuvent être différents selon les choix technologiques et les géométries des colonnes.

En règle générale, les détecteurs d'électrons rétrodiffusés sont utilisés pour l'observation de contrastes chimiques et topographiques. Ces détecteurs peuvent néanmoins montrer aussi des contrastes cristallins et magnétiques.

Il existe plusieurs principes de détection.

- **Les détecteurs mixtes.**

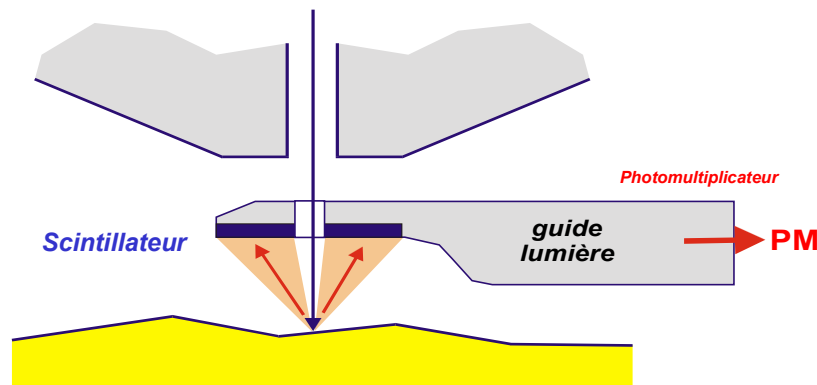
Ces détecteurs sont capables de détecter soit des électrons secondaires soit des électrons rétrodiffusés. Parmi cette famille, nous trouvons

- (i) Les détecteurs de type Everhart et Thornley. Leur efficacité de collection est limitée par leur position latérale et donc par le fait que l'angle solide de collection est très faible (10^{-2} à 10^{-1} sr).
- (ii) Les détecteurs à microcanaux.

Pour ce type de détecteurs, il est classique de polariser négativement la grille ou la face d'entrée du détecteur pour sélectionner uniquement la détection des électrons rétrodiffusés seuls.

- **Les détecteurs à scintillateurs.**

Les détecteurs sont constitués d'un scintillateur assurant la conversion des électrons en photons, d'un guide de lumière et d'une chaîne d'amplification qui est un photomultiplicateur (figure 16).



Type de scintillateur	Scintillateur	Nature	Longueur d'onde (nm)
Polymère	Polymère	amorphe	420
Poudre Polycristalline	P46	Grenat d'yttrium et d'aluminium (YAlO ₃)	560
	P47	Silicate d'yttrium dopé au cérium	380-415
Monocristal	YAG	Grenat d'yttrium et d'aluminium (YAlO ₃ , Ce ³⁺)	560
	YAP	Perovskite d'yttrium et d'aluminium (YAl ₃ O ₁₂ , Ce ³⁺)	378

Figure 16 : Principe d'un détecteur à scintillateur et principales caractéristiques des scintillateurs

- **Les détecteurs solides ou les détecteurs à semi-conducteur.**

Ces détecteurs sont constitués de cadrans en silicium. Le principe de fonctionnement de ce type de détecteur est directement relié aux propriétés semi-conductrices du matériau. Les électrons rétrodiffusés arrivant au détecteur vont créer un certain nombre de paires électron-trou dans la partie intrinsèque (ou zone de déplétion) d'une jonction polarisée en inverse, constituant le cœur du détecteur. Cette zone étant polarisée va séparer les porteurs de charges, à savoir les électrons et les

trous, qui vont migrer en sens opposé sans se recombinaer. Un courant induit peut donc être alors mesuré au borne du détecteur.

A titre d'information, l'énergie nécessaire pour créer une paire électron-trou dans le silicium est de 3,6 eV.

Il existe plusieurs types de jonction induisant autant de type de détecteurs

- Les détecteurs à jonction diffusée
- Les détecteurs à jonction par implantation ionique
- Les détecteurs à barrière de surface, appelés aussi diodes Schottky

Cette jonction est issue d'un simple dépôt d'un métal (Au ou Al) sur du silicium (figure 17)

Tous les détecteurs sont garantis par les constructeurs pour avoir une sensibilité meilleure que 0,1 Z pour $Z = 30$.

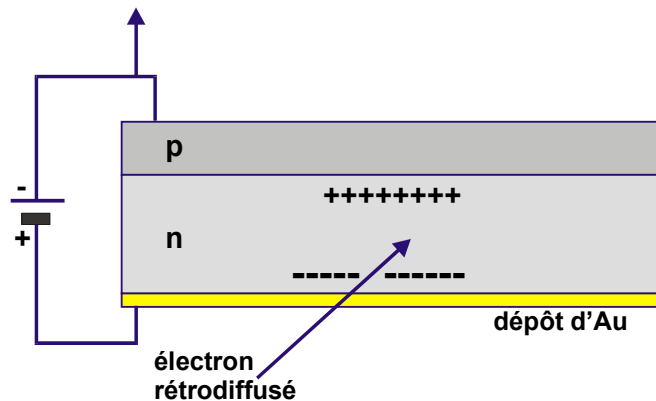


Figure 17 : Schéma de principe d'une diode Schottky polarisée en inverse.

En pratique :

Décrire les spécificités du MEB sur lequel vous allez réaliser ce TD

Décrire le type de détecteurs d'électrons rétrodiffusés installé sur le microscope électronique du TD.

3.3. Image en électrons rétrodiffusés : Le contraste chimique.

3.3.1. L'échantillon.

L'échantillon utilisé pour cette partie est une coupe dans l'épaisseur d'un panneau photovoltaïque (figure 18)

Cet échantillon a été prélevé du panneau, puis découpé, enrobé dans une résine froide et enfin poli afin d'être observable.

F. Curto et G. Kavaklian sont vivement remerciés pour la préparation de cet échantillon.

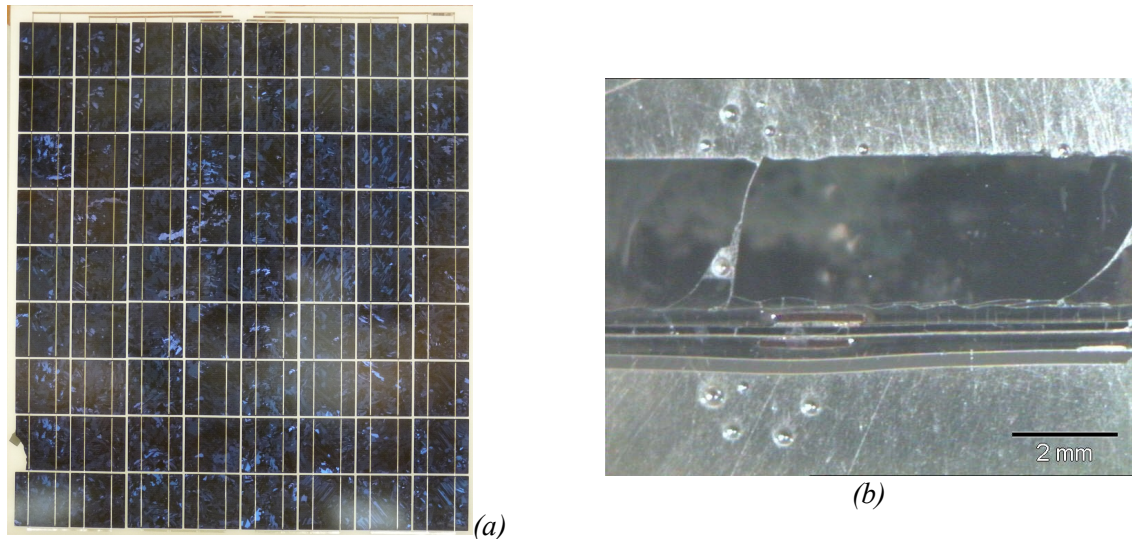


Figure 18 : Vue globale du panneau. (a) Vue de face. (b) Echantillon enrobé. La partie supérieure est une plaque de verre trempé qui protège la cellule photovoltaïque. Le verre s'est fissuré lors de la découpe du panneau .

Un panneau photovoltaïque est un sandwich de différents composants permettant de produire du courant à partir de l'énergie solaire, de le transporter, de protéger la cellule photovoltaïque en silicium (essentiellement d'être étanche), de résister à la grêle, d'avoir un bon rendement, ...La figure 19 résume les différentes parties.

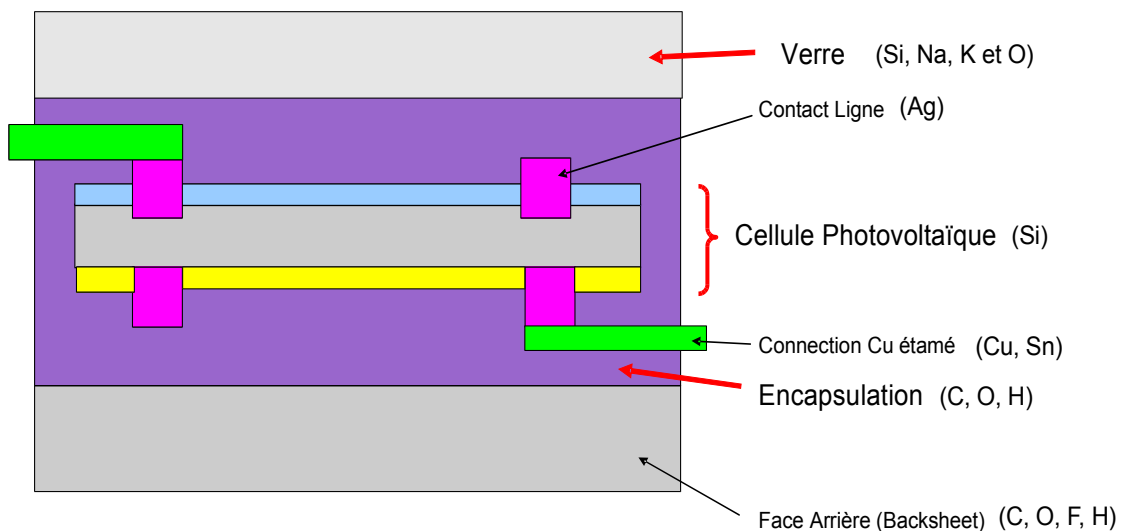


Figure 19 : Coupe schématique d'un panneau photovoltaïque.

3.3.2. Premières observations.

En pratique :

- Faire une première image focalisée à un faible grossissement ($G < \times 100$) sous 20kV en électrons secondaires avec une taille de sonde moyenne à une distance de travail moyenne afin d'avoir une vue globale (si possible) (figure 20)
- Basculer alors en détection d'électrons rétrodiffusés. Faire une image.

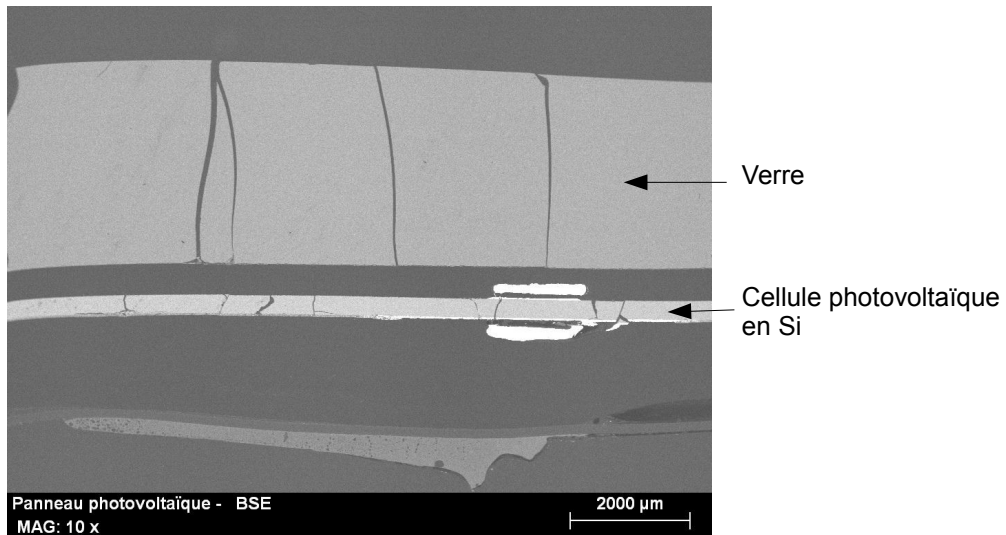
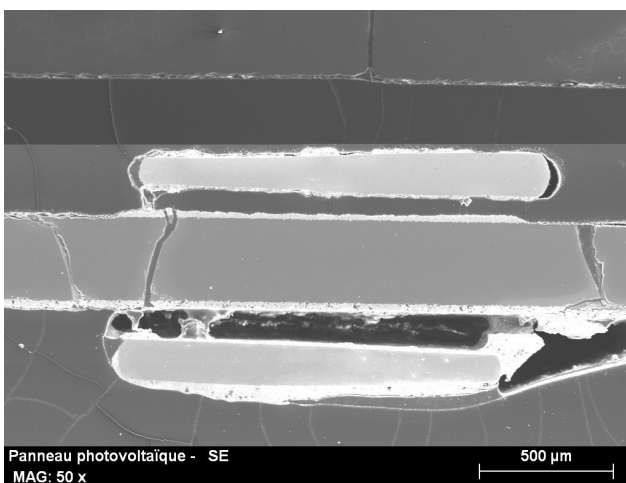
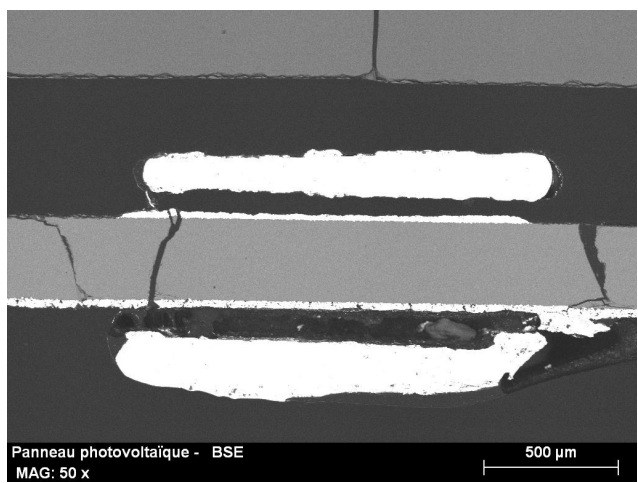


Figure 20 : Vue globale en électrons rétrodiffusés. $G \times 10$

- Discuter sur les images obtenues, à savoir :
 Combien de contrastes différents dénombrez-vous dans la zone observée ?
 A quoi sont dues ces différences de contraste ?
 Commenter la position du détecteur.
 Est-ce que l'image est correctement équilibrée en contraste-brillance ?
 Si non, jouer sur l'amplification électronique ou augmenter la densité électronique.
 Discuter sur la dynamique de réponse des détecteurs d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés.
- Faire une image à plus fort grandissement au niveau de la zone de contact (figure 21)



En électrons secondaires



En électrons rétrodiffusés

Figure 21 Vue agrandie d'une zone du panneau – Images SE et BSE

Quelles premières différences existe-t-il entre l'image en électrons secondaires et l'image en électrons rétrodiffusés ?

L'émission des électrons secondaires est invariante avec le numéro atomique. Comment expliquez-vous la présence d'un contraste qui suit les phases chimiques sur l'image en électrons secondaires en vous appuyant sur la figure 22 ?

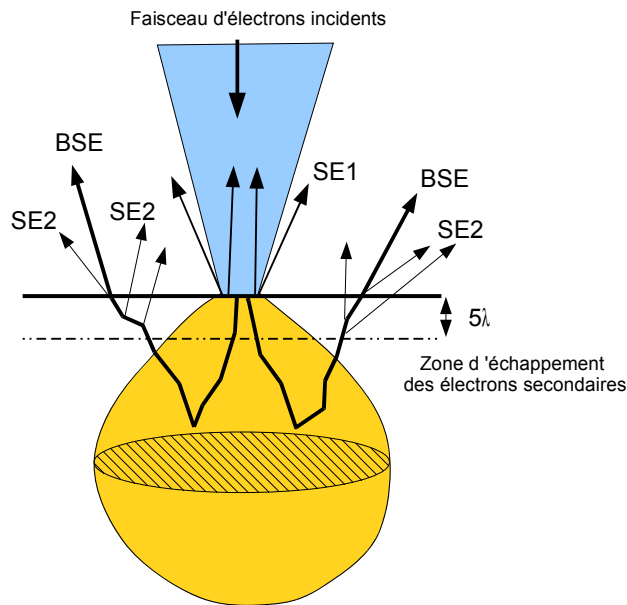


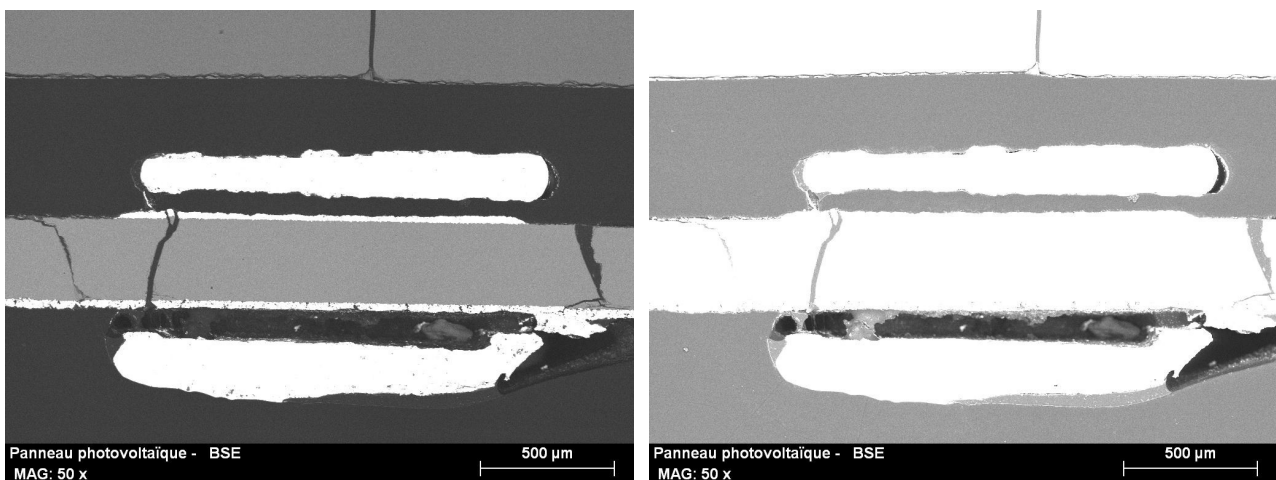
Figure 22 : Production et émission des électrons secondaires. Les SE1 sont les électrons secondaires issus des électrons incidents, alors que les SE2 sont produits par les électrons rétrodiffusés. Le nombre de SE2 est proportionnel au nombre d'électrons rétrodiffusés.

3.3.3. Les paramètres de réglages pour une bonne image en électrons rétrodiffusés

A - Rôle de la distance de travail.

Faire varier la distance de travail entre deux extrêmes.

Commenter les modifications en terme de contraste chimique et de signal (figures 23 et 24)



Grande WD (environ 30mm si possible)

Faible WD (environ 15 mm)
sans modification du contraste-brillance

Figure 23 : Mise en évidence de l'impact de l'angle de collection des électrons rétrodiffusés en fonction de la distance de travail.

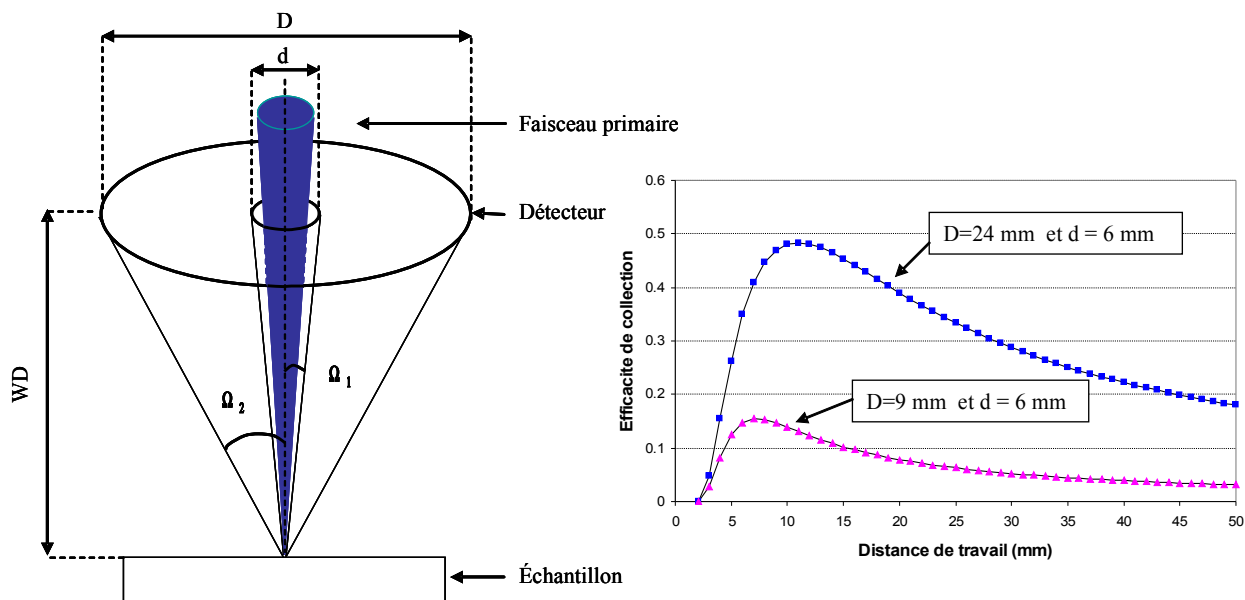


Figure 24 : La détection en électrons rétrodiffusés – Rôle de l'angle de collection.

B – Rôle de la tension d'accélération.

Se placer à la meilleure distance de travail.

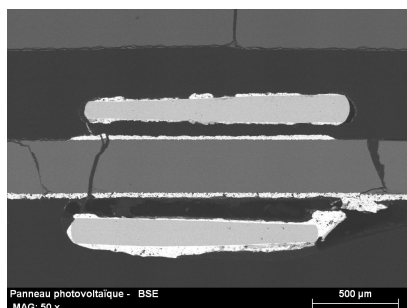
Repasser en mode électrons secondaires.

Faire varier la tension d'accélération de 20kV à 15kV puis 10kV pour un microscope W et jusqu'à 5kV sur un microscope à effet de champ (figure 25).

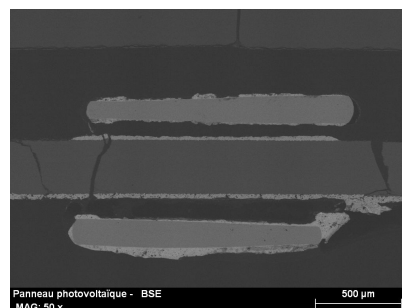
A chaque palier de tension, basculer en mode d'électrons rétrodiffusés,

Commenter les images en terme de contraste chimique, de bruit, de volume d'interaction,...

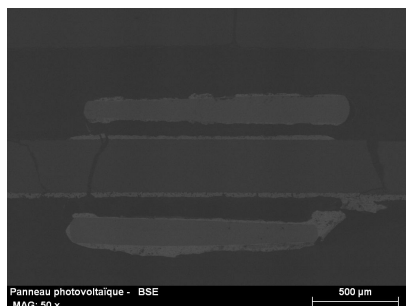
Discuter de ces résultats (figure 26) en évoquant la sensibilité du détecteur et la réponse du matériau en fonction du Z.



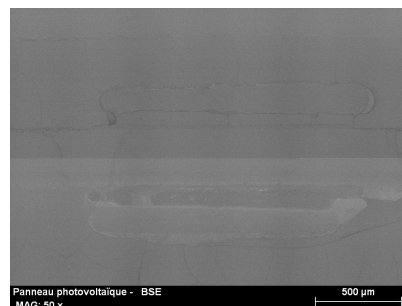
20 kV



15 kV



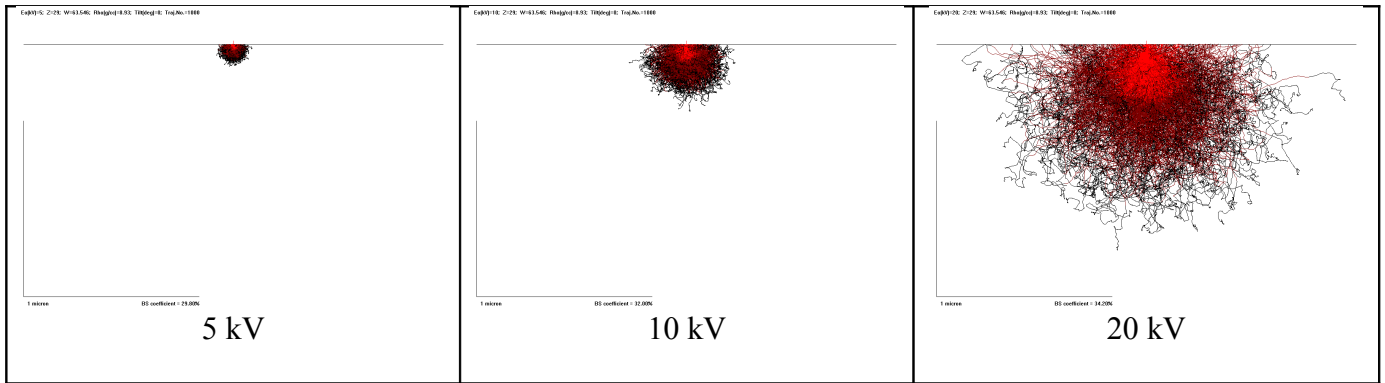
10 kV



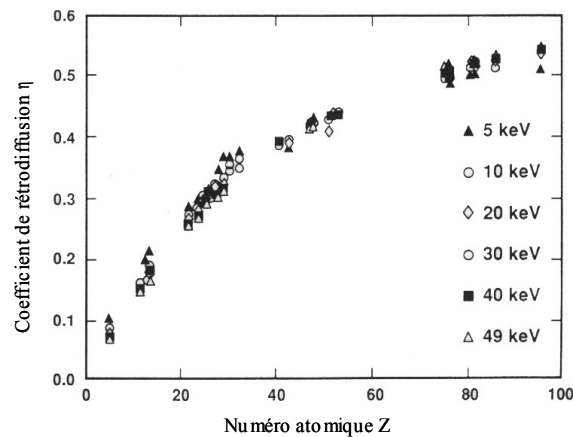
5 kV

En changeant le courant électronique pour avoir un maximum d'éventuel signal.

Figure 25 : Observation en électrons rétrodiffusés à plusieurs tensions d'accélération.



(a) Modification du volume d'interaction en fonction de la tension d'accélération sur une cible en Cu.



(b) Influence de la tension d'accélération sur le coefficient de rétrodiffusion η en fonction du numéro atomique d'après les travaux de Bishop et Heinrich

Figure 26 Eléments de discussion sur l'influence de la tension d'accélération pour une image en électrons rétrodiffusés.

C – Image en détection d'électrons rétrodiffusés à fort grandissement.

Revenir à 20kV.

Choisir une zone présentant des petites phases.

Changer le grandissement pour aller à x5000, x10000 avec un microscope W et au-delà dans le cas d'un microscope à effet de champ.

Optimiser au mieux votre image en électrons secondaires en terme de résolution et en terme de contraste. Basculer alors de détecteur pour former une image en électrons rétrodiffusés.

Commenter les images obtenues (figure 27).

Discuter sur la résolution limite d'une image en électrons rétrodiffusés en vous appuyant sur la figure 28.

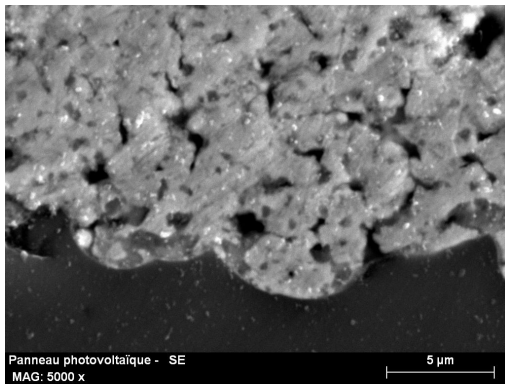


Image SE x5000

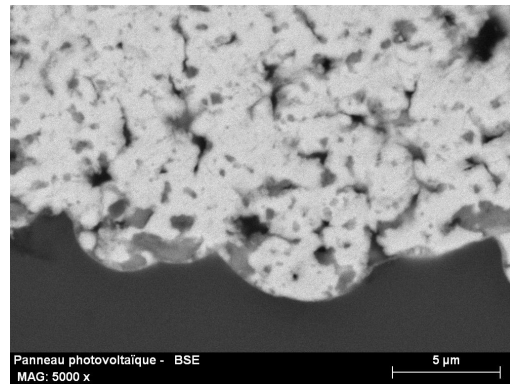


Image BSE x5000

Figure 27 : Image à fort grandissement d'un détail de la couche arrière de la cellule photovoltaïque.

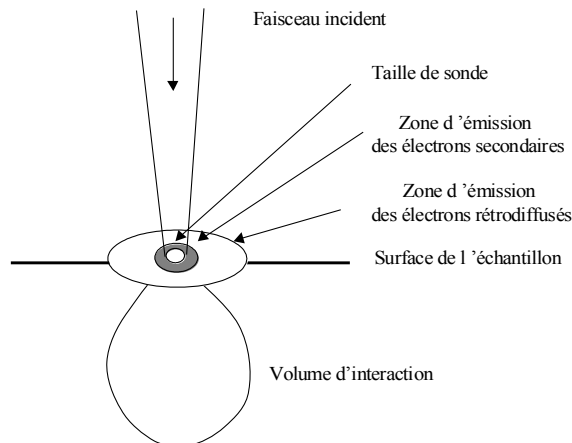


Figure 28 : schéma montrant l'impact de l'émission des électrons rétrodiffusés sur la résolution de l'image.

3.4. Image en électrons rétrodiffusés : Le contraste topographique

3.4.1. L'échantillon.

L'échantillon utilisé dans cette partie est un copolymère. Sa nature étant isolante, une métallisation a été réalisée (dépôt de carbone). Un contact électrique entre la surface de l'échantillon et le plot est assuré par de la laque d'argent.

3.4.2. Les observations.

Le but de cette partie est de mettre en évidence des microreliefs sur un échantillon.

En pratique :

- Faire une image à x 100 en électrons secondaires à 20kV, avec une taille de sonde moyenne sans se pénaliser en terme de rapport signal/bruit.

Attention l'échantillon est en polymère, il peut se dégrader lors d'une dose trop importante du faisceau d'électron à sa surface.

- Basculer en détection d'électrons rétrodiffusés en mode de composition chimique. Dénombrer le nombre de phases chimiques présentes.

- Commenter les deux types d'images en insistant en particulier sur la mise en évidence ou non d'un microrelief (figure 29).

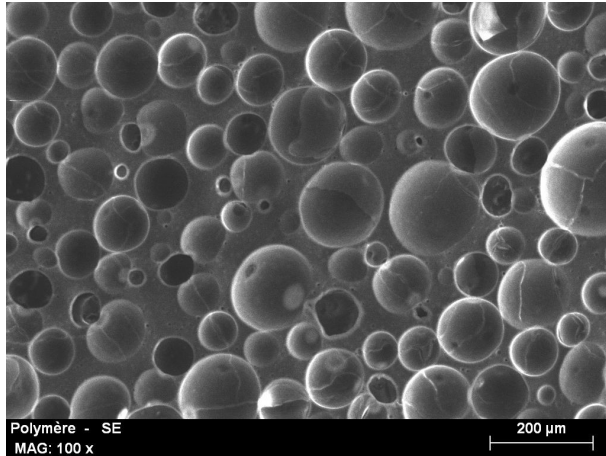


Image en SE / G x 100

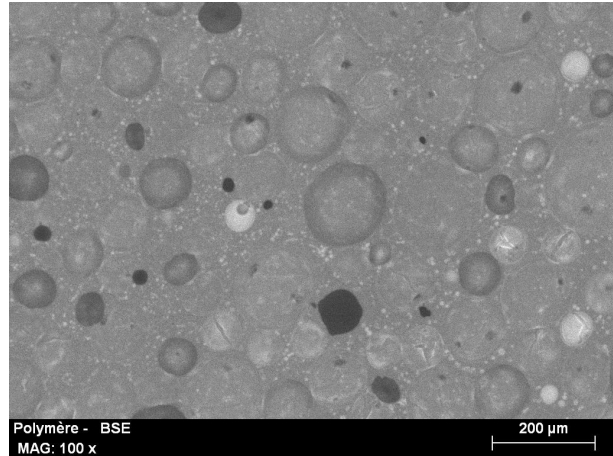


Image en BSE / G x 100

Figure : 29: Observation de l'échantillon polymère avec les deux types d'électrons (SE et BSE)

3.4.3. Obtention d'un contraste topographique à partir de la détection des électrons rétrodiffusés.

La distribution angulaire de l'émission des électrons rétrodiffusés est schématisée sur la figure 30.

- Discuter sur la possibilité de mettre en évidence de la topographie en électrons rétrodiffusés.
- Commenter avec ces notions l'image BSE précédente.
- Concluer dans la possibilité de mettre en évidence un microrelief.

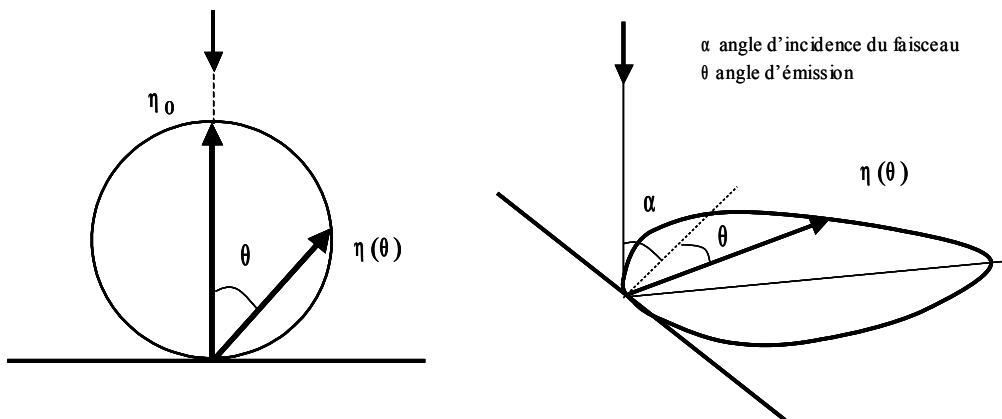


Figure 30 : Schéma de la distribution angulaire des électrons rétrodiffusés

Dans le cas d'un détecteur solide, le disque annulaire de détection est en fait composé de plusieurs secteurs (2 ou 4) ⁽¹⁾ qui peuvent être alimentés de manière indépendante les uns par rapport aux autres.

Considérons que le détecteur est constitué de deux secteurs, respectivement A et B, la soustraction du signal collecté en A par le signal collecté en B va permettre d'obtenir un contraste topographique avec des électrons rétrodiffusés (figure 31). On parle alors du mode A-B.

Le mode « contraste chimique » du détecteur correspond en fait à faire la somme des signaux collectés en A et en B. On parle alors du mode A+B.

⁽¹⁾ Il existe des cas où une cinquième diode en position externe permet de faire un couplage contraste chimique + contraste topographique.

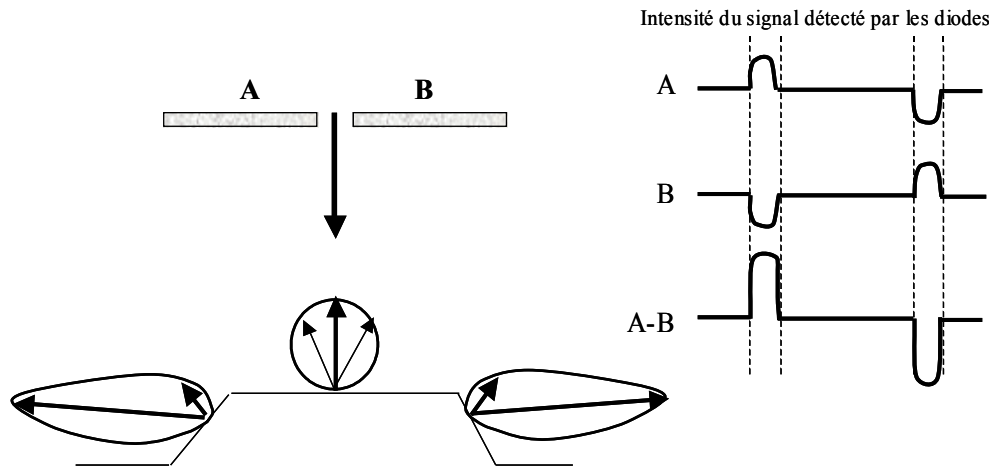


Figure 31 : Le contraste topographique.

En pratique :

- A partir d'une image en électrons rétrodiffusés en mode contraste chimique (A+B), basculer en mode de topographie (A-B).
- Commenter l'image obtenue (figure 32).

En terme de contraste topographique mais aussi en contraste chimique.

- Comment optimiser cette image en terme de contraste topographique ?
 Par un gain électronique (contraste).
 Par un gain de signal (densité électronique)

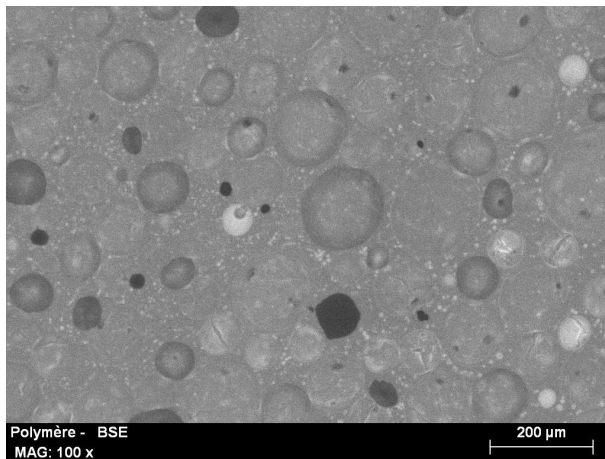


Image A + B / G x 100

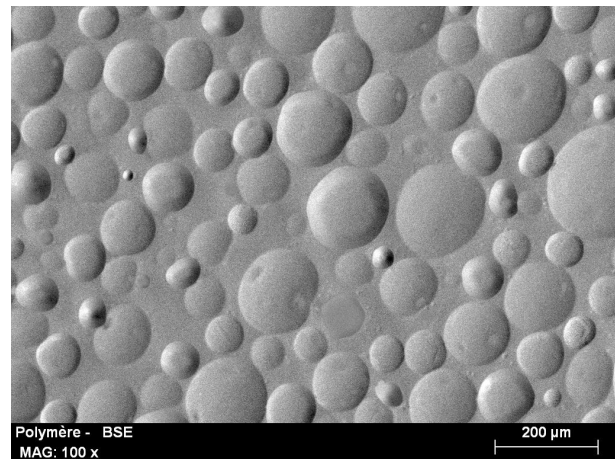


Image A - B / G x 100

Figure 32 : Observation de l'échantillon polymère en électrons rétrodiffusés avec les deux modes du détecteur

- Analyse du microrelief observé. Avons-nous des bosses ou des creux ?

Question ☉ : Comment interprétez-vous l'image de la figure 33 ?

Que s'est-il passé ?

Est-ce un changement d'alimentation des diodes ou une rotation du plan de balayage ?

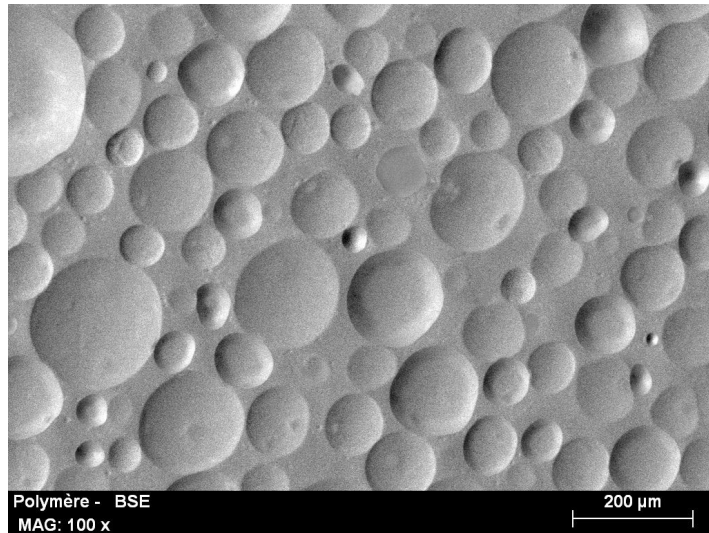


Figure 33 : Observation de l'échantillon en mode topographie avec une certaine modification.

Concluer avec ces différentes observations sur le sens du microrelief détecté (Creux ou Bosse ?). Que doit-on savoir pour conclure ?

3.4.4. Obtention d'un contraste topographique à partir d'un mode particulier du détecteur Everhart et Thornley.

Pour lever l'indétermination dans l'exemple précédent, il suffit « d'éclairer » le microrelief en connaissant l'origine de la source. Dans un MEB, il est possible de reconstituer ce type d'éclairage en réalisant une image avec le détecteur Everhart et Thornley en polarisant la grille de collection négativement (figure 34).

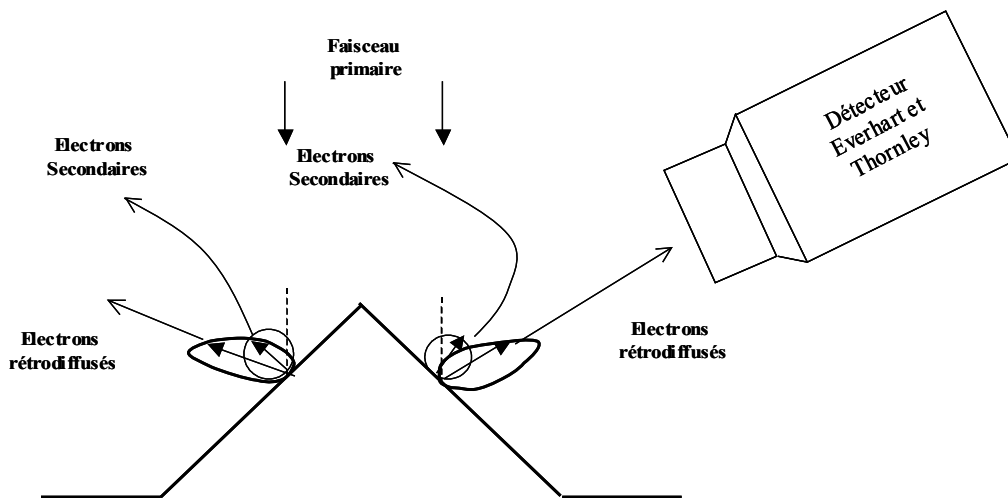


Figure 3' : Détection d'électrons rétrodiffusés par le détecteur Everhart et Thornley, dans le cas où la grille est polarisée négativement.

- Refaire une image en électrons secondaires classique sans rotation du plan de balayage.
- Polariser la grille négativement (< -200 V).
- Faire une image dans cette configuration
- Commenter cette image (figure 35).
- Comment améliorer la mise en évidence des microreliefs (courant de sonde, WD, préparation de l'échantillon, ...)?

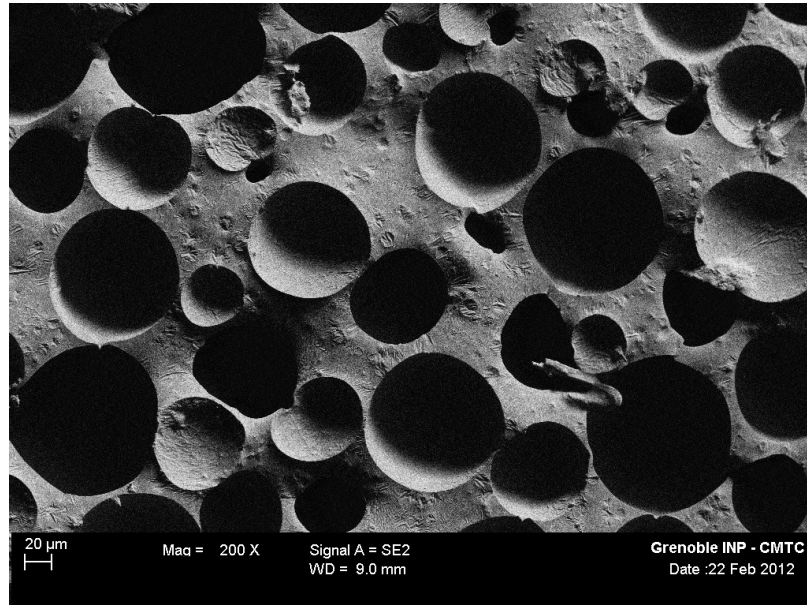


Figure 35 : Image en mode BSE rasant.

Par convention, la position du détecteur d'électrons secondaires est telle que, sans aucune rotation du plan de balayage, l'échantillon doit être éclairé par le « haut » de l'image.

4. Partie 4 : L'imagerie en mode pression contrôlée

Le but de ce focus est d'imager un échantillon non conducteur sans le métalliser, en utilisant le mode pression contrôlée du microscope pour éliminer les effets de charges.

4.1. L'échantillon

L'échantillon, appelé voile de verre, est constitué de fibres de verre liées par un polymère. Il sera observé sans métallisation.

4.2. Imagerie en mode haut vide

L'échantillon peut être imagé soit en électrons secondaires en utilisant le détecteur d'Everhart et Thornley, soit en électrons rétrodiffusés en utilisant le détecteur BSE du microscope (figure 36).

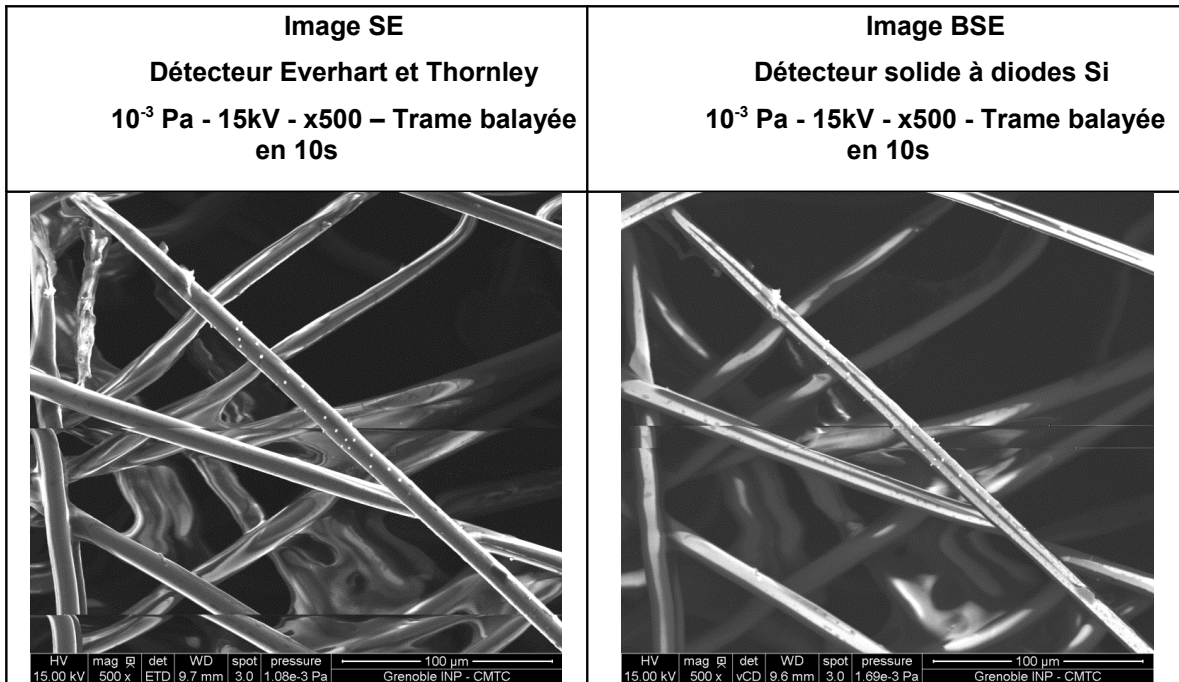


Figure 36 : Observation du voile de verre en mode haut vide sans métallisation.

En pratique :

Dans les conditions d'imagerie ci-dessus (15kV, G x500, vitesse de balayage d'une trame de 9s environ), observer les effets de charge et leur accentuation avec :

1. le ralentissement du balayage,
2. l'augmentation du grandissement

4.3. Imagerie en mode pression contrôlée

Une pression inférieure ou égale à 100 Pa suffira pour imager correctement l'échantillon.

Dans cette gamme de pression, on parle d'imagerie en faible vide, en vide dégradé ou en mode low vacuum.

L'échantillon peut être imagé en électrons secondaires en utilisant un détecteur spécifique fonctionnant en pression, s'il existe sur le MEB. Selon les technologies, ce détecteur peut collecter soit directement des électrons secondaires environnementaux, soit des photons issus de l'interaction électrons-gaz ou même un courant d'ions sur l'échantillon.

L'échantillon peut également être observé en électrons rétrodiffusés en utilisant le même détecteur BSE qu'en mode haut vide (figure 37).

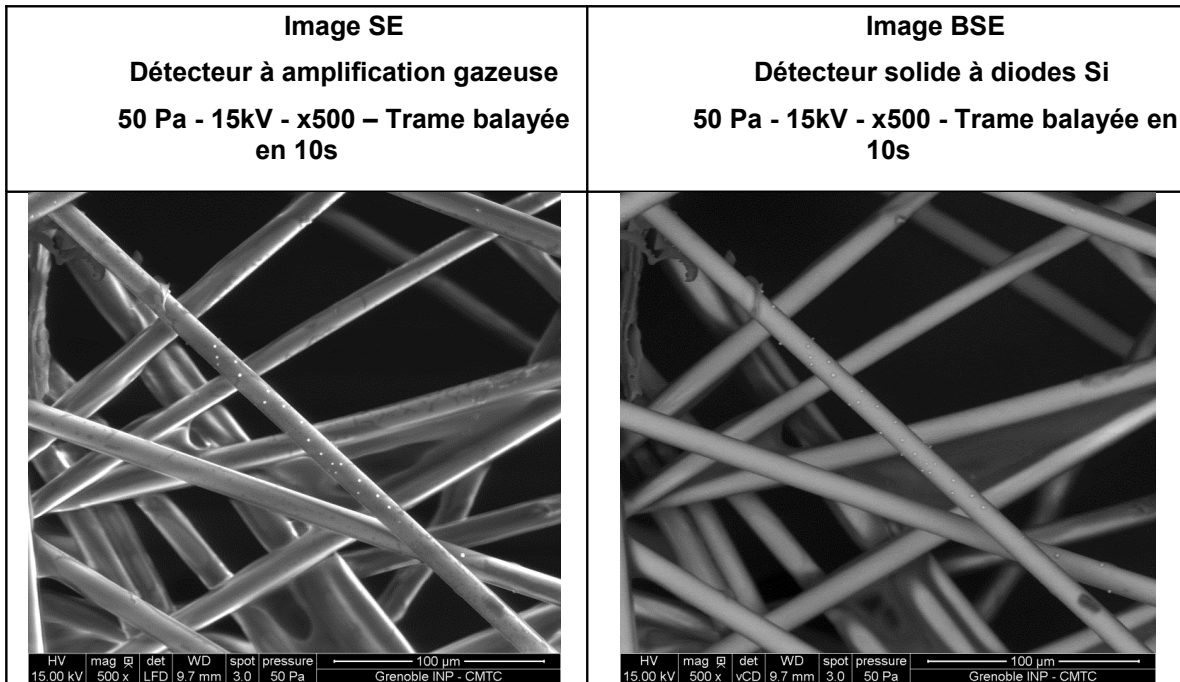


Figure 37 : Observation du voile de verre en mode Low Vacuum.

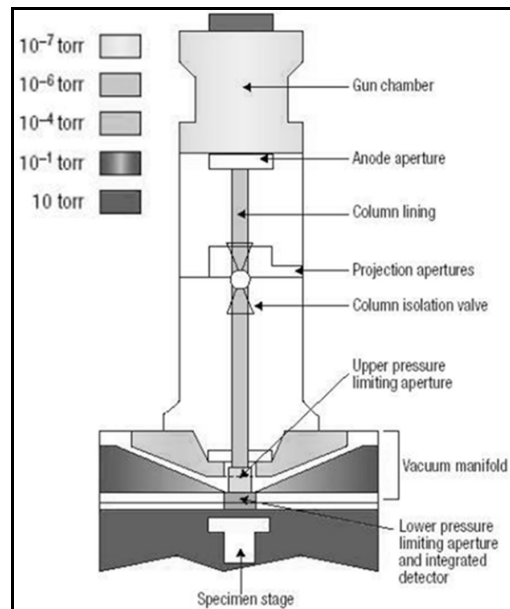
- Faire varier la pression de consigne entre 10Pa et 100Pa pour visualiser l'élimination des effets de charges (Cf images ci-dessus à 50Pa – figure 36).

4.4. Annexe - Quelques rappels sur le MEB à pression contrôlée

La microscopie électronique conventionnelle réalisée sous vide secondaire ou haut vide nécessite un échantillon conducteur ou un échantillon dont la surface a été rendue conductrice par une métallisation préalable. Depuis le début des années 1990, est apparue une nouvelle gamme de MEB qui utilise un gaz dans la chambre pour éliminer ou limiter les effets de charge.

A la différence d'un MEB conventionnel qui nécessite un vide poussé à tous les niveaux de la colonne, un MEB à pression contrôlée fonctionne avec une pression pouvant atteindre quelques milliers de Pa dans la chambre, grâce à l'installation de diaphragmes limiteurs de pression à différents niveaux de la colonne.

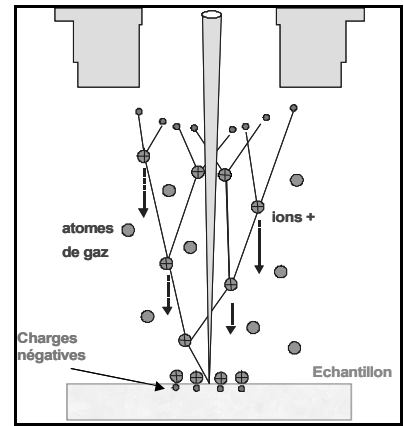
Les régions situées au-dessus, entre et au-dessous de ces diaphragmes différentiels sont "pompées" séparément afin de maintenir un vide poussé dans le canon à électrons, et d'arriver à un vide dégradé au niveau de l'échantillon.



Donald, Nature Materials 2003

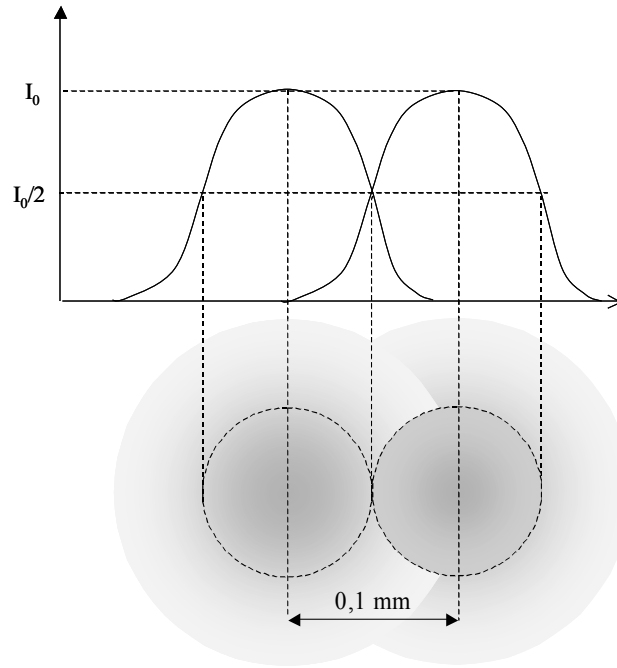
En mode pression contrôlée, lors du passage du faisceau d'électrons dans la chambre du MEB, il y a création d'ions positifs qui proviennent de l'interaction entre le faisceau d'électrons et le gaz de l'enceinte. Ces ions positifs vont annihiler partiellement ou totalement les charges négatives présentes en surface de l'échantillon. Il n'est donc plus nécessaire de métalliser les échantillons isolants.

Lane, Scanning Electron Microscopy 1970
Pfefferkorn, Scanning Electron Microscopy 1972



Annexe 1

Relation entre la taille du faisceau et la taille du point image.



L'œil humain est capable en moyenne de séparer des points images dont le diamètre est de 0.1 mm

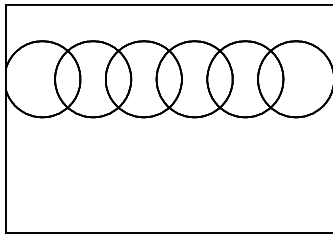


Image floue



$$d_{s1} > d_{s \text{ optimale}}$$

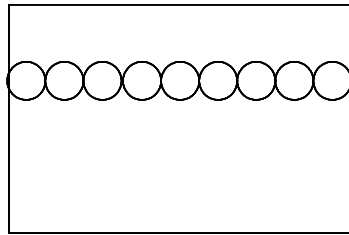
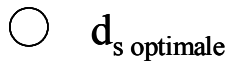


Image nette ou
Image « résolue »



Diamètre de sonde
optimal correspondant à
la dimension des points
« images »

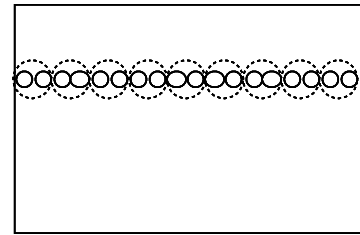
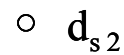


Image nette



$$d_{s2} < d_{s \text{ optimale}}$$

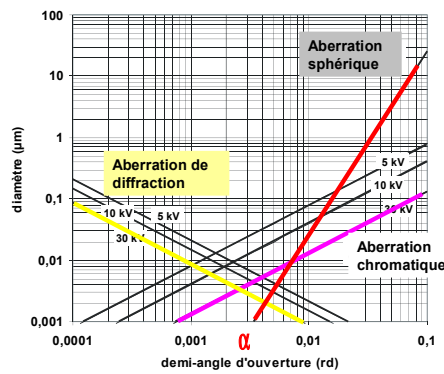
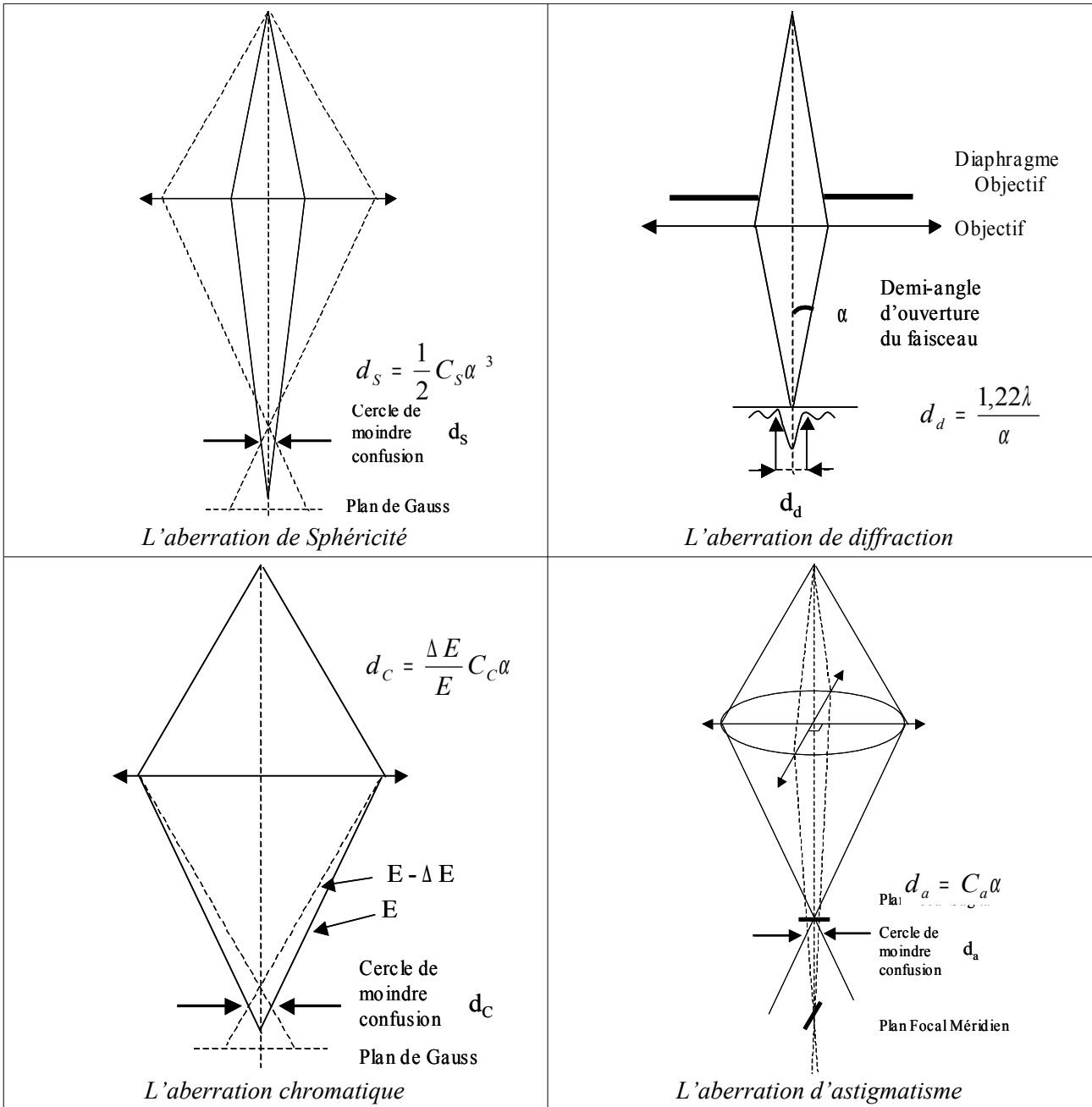
Rapport Signal/Bruit dégradé

Quelques valeurs de taille du point image en fonction du grandissement.

Grandissement	x 100	x 1000	x 10000	x 100000
Taille du point image en nm	1000	100	10	1

Annexe 2

Les aberrations en optique électronique



Evolution des aberrations en fonction du demi-angle d'ouverture.