



GROUPEMENT NATIONAL DE  
MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE  
ET DE MICROANALYSES



En convention de coopération avec la Société Française de Physique



Université Lille Nord de France  
Pôle de Recherche  
et d'Enseignement Supérieur

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

## **STAGE NIVEAU 2 Perfectionnement - TD MEB-FEG (durée 1<sup>h</sup>30)**

**Coordinateurs : Alain Jadin, Christophe Boyaval**

Alain.jadin@certech.be, Centre de Ressource Technologique en Chimie, Rue Jules Bordet ZIC 7180 Seneffe Belgique

Christophe.Boyaval@iemn.univ-lille1.fr, Institut d'Electronique de Microélectronique et de Nanotechnologie, Avenue Poincaré, BP 60069, 59652 Villeneuve d'Ascq cedex

Au cours de cette session, nous vous présenterons, les avantages des microscopes électroniques à balayage équipés d'une source d'électron à effet de champs. Nous observerons des échantillons des domaines d'application des nanotechnologies qu'ils soient conducteurs ou isolants

Avec aux choix des stagiaires :

Échantillons conducteurs :

- Électrode d'une super capacité en Si/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> /Pt (Malek Zegaoui Groupe CSAM IEMN )
- Nanofils de composé III/V GaAsSb/GaAs. (Philippe Caroff Groupe EPIPHY IEMN )

Échantillons isolants :

- Fibre optique. (Karen Delplace IRCICA )
- Poudre d'oxyde.

# 1. Présentation du microscope à effet de champ.

Les microscopes à effet de champ reprennent les différentes parties classiques constituant un microscope électronique à balayage équipé d'un filament de W (MEB W), à savoir un canon, une colonne électronique et une chambre équipée d'une platine porte objet et de détecteurs. Néanmoins tous ces éléments ont été redessinés afin de répondre aux exigences propres de l'émission électronique à effet de champ afin d'avoir la plus grande résolution.

Autant dans le cas d'un MEB W, les colonnes électroniques sont similaires, autant dans le cas des colonnes des microscopes à effet de champ (MEB FEG), chaque microscope possède ses spécificités propres afin d'optimiser, de l'émission à la détection, le parcours des électrons pour atteindre des hautes résolutions.

En pratique : Reprendre du canon à la détection en passant par la colonne, les spécificités, du MEB FEG sur lequel aura lieu le TD.

## 1.1. Les canons à effet de champ.

Les canons à effet de champ utilisent l'émission d'une pointe W au lieu d'un filament W (planche 1).

Discuter de la raison de ce changement d'émetteur.

Ces canons sont caractérisés par un mode d'émission électronique dépendant d'un champ électrique assisté ou non thermiquement.

- Sans assistance thermique, nous trouvons la famille des « Cathodes Froides » dont l'émission utilise uniquement l'effet tunnel.
- Avec une assistance thermique, nous trouvons en particulier la famille des "Cathodes Chaudes" ou cathodes à effet Schottky.

Discuter de ce point en vous appuyant sur la planche 3, en insistant en particulier sur l'originalité de cette cathode (rôle de l'activation thermique, présence d'un réservoir d'oxyde de Zirconium ( $ZrO_2$ ) -  $ZrO_2$  chauffée à 1800 K migre sous forme de  $ZrO$  par capillarité sur la pointe, ...).

## 1.2. La colonne électronique.

La colonne électronique est équipée de lentilles électromagnétiques. Leur rôle est toujours de former l'image réelle du cross-over sur la surface de l'échantillon mais dans ce type de microscope, il peut aller au delà en intégrant une partie de la détection.

Ces colonnes sont conçues pour permettre des observations à basse tension en intégrant différents dispositifs permettant de contrôler au mieux la trajectoire du faisceau d'électrons de faible énergie (de quelques centaines de volt à quelques kV).

Décrire en particulier la position du cross-over par rapport à la colonne ou/et la présence de système de post-accélération.

*Pour conclure, discuter des différentes caractéristiques existant entre un MEB W et MEB FEG en termes de taille sonde, brillance, ... en vous appuyant sur la planche 4.*

### 1.3. La détection.

- Discuter des différents détecteurs présents pour assurer la détection des électrons secondaires et rétrodiffusés.
- Discuter de l'impact sur la résolution de la détection des SE1 et/ou SE2 (planche 5).
- Discuter en particulier de la détection des électrons SE1 réalisée par les détecteurs dans la colonne, les apports et les inconvénients, le filtrage angulaire et énergétique des électrons secondaires.
- Discuter aussi de la détection des électrons rétrodiffusés dans la colonne si elle est possible.

### 1.4. Précaution lors de l'utilisation d'un MEB FEG.

Ce microscope nécessite des précautions supplémentaires relatives à la manipulation des objets entrant dans la chambre du microscope et à la propreté des échantillons.

En effet, la valeur du vide au niveau canon est dans la gamme de  $10^{-10}$  mbar. Le maintien de ce vide va permettre de conserver une résolution optimale de l'appareil et protéger la pointe d'une dégradation accélérée (pouvant être même brutale).

Assurer une très bonne qualité de vide au niveau canon induit d'assurer aussi un très bon vide dans la chambre. Cela induit donc de limiter au maximum des dégazages intempestifs de l'échantillon ou de son environnement (plot, platine, ...) sous le faisceau.

Il est donc nécessaire de suivre certaines règles permettant de limiter cette contamination.

Outre la qualité du vide, une surface d'échantillon exempte de contamination, en particulier organique, permettra de réaliser de meilleures images, surtout à basse tension.

Expliquer pourquoi en discutant du volume d'interaction à basse tension.

## 2. Mise en œuvre du microscope à effet de champ.

Introduire si possible les deux échantillons au choix : un conducteur et un isolant.

En profiter pour montrer l'intérieur de la chambre du microscope si possible en cas d'introduction sans sas.

*Note : Les grandissements indiqués dans ce TD sont donnés en prenant comme référence le format polaroid*

### 2.1. Un microscope à haute résolution.

Les observations réalisées dans cette partie seront effectuées en utilisant l'échantillon conducteur.

- Lire les conditions d'utilisation de la pointe (vide, courant de chauffage, tension d'extraction, ....) et les commenter.

#### 2.1.1. Observation à haute tension.

- Mettre sous tension en choisissant au départ une tension d'accélération (15, 20 kV), une détection en électrons secondaires à l'aide du détecteur Everhart et Thornley, et une distance de travail appropriée.

Vérifier l'alignement du canon et de la colonne et les optimiser.

Discuter pour ce MEB FEG de la procédure d'alignement du canon (alignement mécanique de la pointe, réglage du tilt et shift au niveau du canon, mode émission, ...) et de la colonne, principalement le diaphragme objectif (mise en route du wobbler,...).

- Former une image correcte au minimum x50000, voir x100000 ou plus.

Adapter la taille de sonde si nécessaire pour que la résolution soit suffisante à ce grandissement.

Résoudre au mieux les aberrations, en particulier l'astigmatisme.

Discuter de l'importance de la qualité des différents éléments de la colonne, en particulier, des pièces polaires pour modérer ces aberrations.

Régler les paramètres de balayage pour former une image non bruitée (discuter des moyens disponibles pour filtrer le bruit).

- Commenter cette image.
- Basculer vers tous les détecteurs disponibles sur ce microscope dans ces conditions (Détection SE dans la colonne si possible, détection des électrons rétrodiffusés).

Commenter alors les différences de contraste obtenu et le rendu topographique des objets de l'échantillon.

### **2.1.2. Observation à basse tension.**

- Choisir une tension d'accélération inférieure à 5 kV (typiquement entre 2 et 4 kV) en choisissant une détection en électrons secondaires à l'aide du détecteur Everhart et Thornley.

- Former une image nette à, au moins, x50000

Discuter des modifications que cela a entraînées au niveau de la colonne (alignement, aberrations, ...), choisir les bons paramètres de balayage pour avoir une image ayant le meilleur rendu.

- Comparer à l'image obtenue à haute tension.

Commenter cette image, le rendu de la surface des objets en réfléchissant sur la dimension de la zone d'émission du signal.

- Basculer vers tous les détecteurs disponibles sur ce microscope dans ces conditions.

Commenter alors les différences constatées avec les images à haute tension (peut être que certains détecteurs ne pourront plus donner de signal).

### **2.1.3. Observation d'échantillon isolant sans préparation.**

Les observations réalisées dans cette partie seront effectuées en utilisant un échantillon isolant

Il est connu qu'il est difficile d'imager un échantillon isolant ou faiblement conducteur dans un microscope électronique à balayage sans prendre certaines précautions ou réaliser une certaine préparation. La faible conduction de l'échantillon va limiter l'écoulement à la masse des charges induites par le faisceau d'électrons incidents, caractérisées par le courant

d'échantillon (Eq.1). Des effets de charges vont alors se développer dans l'échantillon provoquant des déviations du faisceau incident. L'image est alors impossible à réaliser.

$$\text{Eq. 1} \quad I_{\text{incident}} = I_{\text{secondaire}} + I_{\text{rétrodifusé}} + I_{\text{échantillon}}$$

La métallisation de l'échantillon (cf TD au choix métallisation – F.Roussel) est une technique permettant d'assurer l'écoulement des charges à la surface de l'échantillon. Mais cette technique ne supprime pas les charges internes à l'échantillon, avec les risques que cela comporte.

Nous nous proposons dans ce TD de réaliser une image d'un échantillon isolant sans métallisation. Le principe de cette méthode est une conséquence de l'étude du rendement d'émission électronique totale en fonction de la tension d'accélération du faisceau incident.

Commenter la courbe schématique de rendement d'émission total dans le cas d'un isolant présentée planche 6.

Il existe une zone comprise entre deux tensions critiques EC1 et EC2 où le rendement d'émission est supérieur à 1. Cela implique qu'il y a plus d'électrons émis que d'électrons entrants.

- Quel serait le potentiel de surface à ce moment là ? Quel contraste doit-on mettre en évidence dans cette zone ?
- Commenter le comportement des électrons incidents dans cette zone là.

En dehors de cette zone, le rendement d'émission est inférieur à 1. Cela implique donc un déficit d'électrons émis. La conduction des charges est très faible dans l'échantillon, aussi que devient alors le potentiel de surface ? Quel contraste doit-on mettre en évidence dans cette zone ?

Commenter le comportement des électrons incidents ayant une énergie supérieure à EC2.

- Peut on considérer que EC2 soit une tension d'équilibre du système ? Commenter.

La conduction des charges dans un isolant étant limitée, De nombreux phénomènes complexes d'« effet de charge » se créent sous la surface et à cœur de l'échantillon lors de l'impact d'un faisceau d'électron mettant en jeu la permittivité diélectrique du milieu (polarisation, relaxation diélectrique, ...).

Une dose injectée  $Q_i$ , à savoir le nombre d'électrons entrants par unité de surface et par unité de temps, la distribution des charges dans le matériau dépend des conditions d'injection (tension d'accélération des électrons incidents, densité de courant) et du matériau (énergie des pièges, stabilité de la structure, ...). Ces paramètres vont donc aussi nous influencer pour réaliser une image, même si nous sommes à la tension d'équilibre.

En pratique :

Au vu des éléments de discussion présentés, établir un protocole expérimental pour réaliser une image en limitant autant que possible les effets de charges.

- Peut on considérer que EC2 soit une tension d'équilibre du système ? Commenter.
- Limiter la dose injectée revient à travailler avec un balayage rapide sur un grand champ et avec une densité de courant faible dans la limite de la détection d'une information.

- Commencer avec une basse tension, typiquement 1kV, afin de ne pas charger l'échantillon.
- Monter la tension progressivement par pas croissant de 100V afin de décrire la courbe présentée planche 6.
- Déterminer dans quelle zone de la courbe, l'émission électronique de l'échantillon se trouve en faisant varier le grandissement rapidement vers une plus faible valeur. (si l'ancienne plage balayée apparaît sombre, l'échantillon était chargé positivement, et inversement chargé négativement si elle apparaît claire.
- Affiner ce réglage en repérant le sens du déplacement de l'image (Si la vitesse de déplacement de l'image augmente ou non lors du changement fin de la tension d'accélération).
- Repérer la tension d'équilibre EC2.
- Varier la vitesse de balayage afin d'augmenter le rapport signal/bruit. Si l'image n'est pas stable, préférer un mode d'intégration plutôt qu'un balayage continu.

La détermination de cette tension d'équilibre peut être délicate et dépend fortement de l'histoire de l'échantillon (son stockage, son état de surface, la contamination éventuelle présente, ...)

Il est aussi important de noter que le temps participe aussi lors de la détermination des bons réglages. Il peut exister un temps où l'état de charge du système se stabilise dans certains matériaux.

*Si l'on veut optimiser au maximum la résolution et le piqué des images, l'idéal est de trouver la tension d'équilibre, puis de ressortir l'échantillon, de le métalliser avec une couche très fine (typiquement 1 nm) d'or ou d'or-palladium, si possible, et d'observer alors l'échantillon à sa tension d'équilibre.*

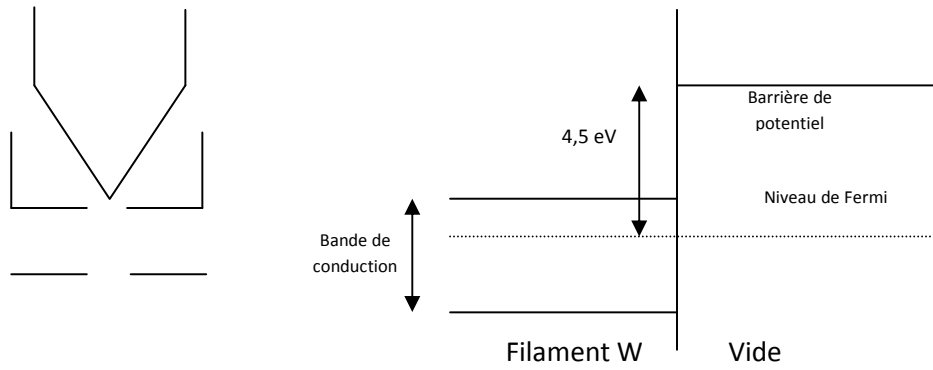


Planche 1 : schéma de principe de l'émission thermoélectronique

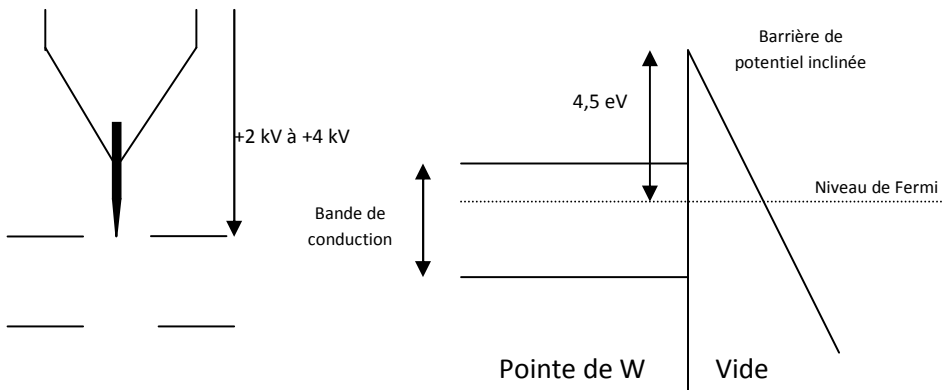


Planche 2 : schéma de principe de l'émission par effet de champs (cathode froide)

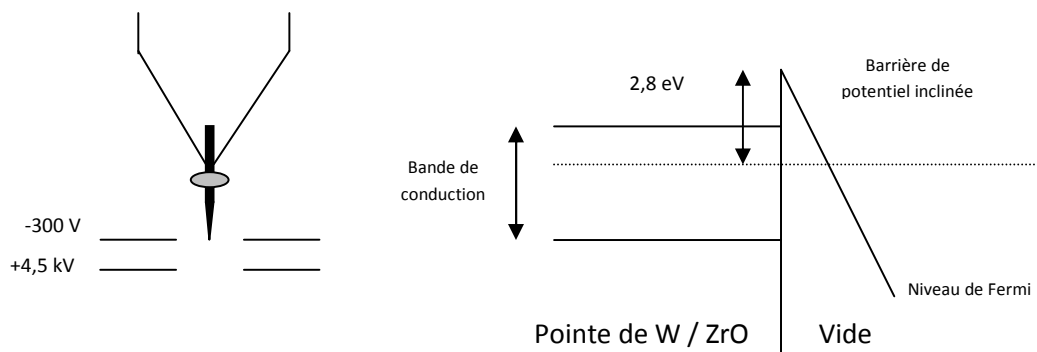


Planche 3 : schéma de principe de l'émission par effet de champs (cathode chaude)

	W	Cathode froide	Cathode chaude
T ( K° )	2700	300	1800
Vide ( Pa )	$10^{-4}$	$10^{-8}$	$10^{-6}$
$J_0$ ( A cm <sup>2</sup> )	1 à 2	$1-10 \cdot 10^4$	$1-10 \cdot 10^5$
Brillance ( A cm <sup>2</sup> sr <sup>2</sup> )	$2 - 10 \cdot 10^4$	$1-10 \cdot 10^9$	$1-10 \cdot 10^8$
Cross Over ( $\mu\text{m}$ )	50-150	0,005	0,02

Planche 4 : Principale caractéristiques des différents canons.

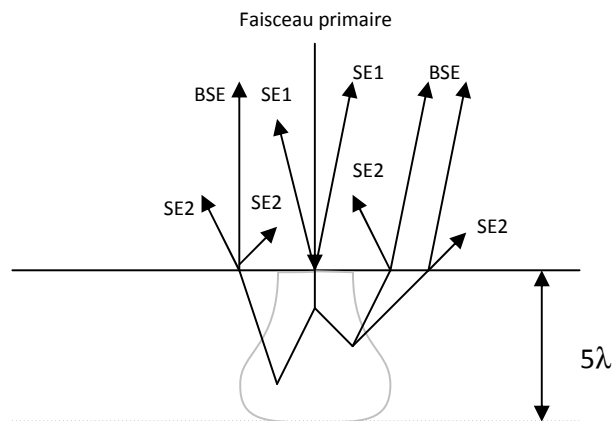


Planche 5 : Zone d'émission des électron en fiction de la zone d'impact.

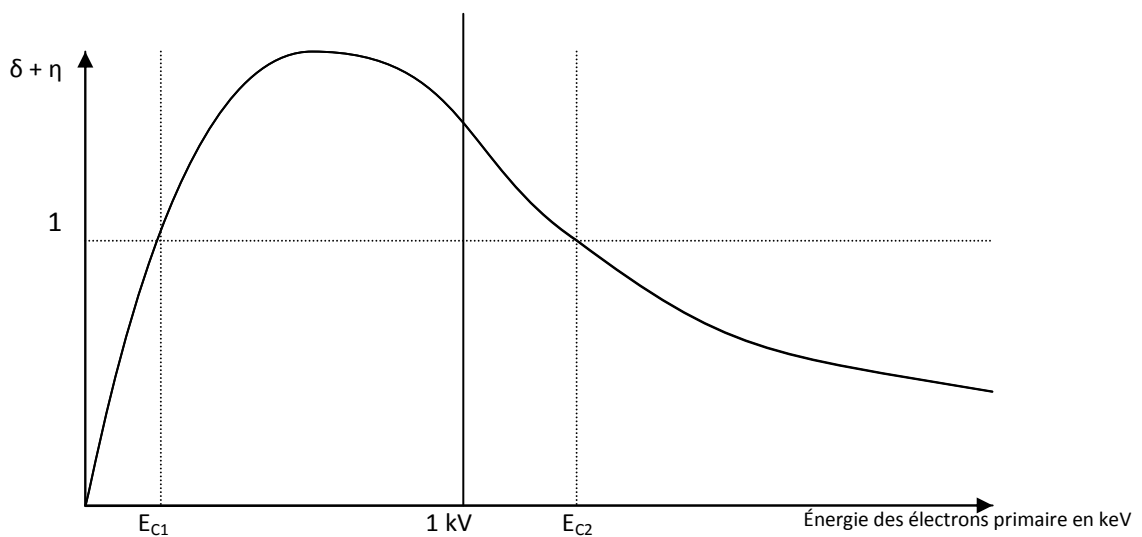


Planche 6 : Évolution du rendement d'émission total en fonction de l'énergie des électrons incident dans le cas d'un échantillon isolant