

4. Microscopie électronique à balayage

4.1. Principe de formation des images en MEB

4.2. Mise en œuvre

4.3. Les différents modes d'imagerie

4.4. Les différents types de contraste

4.5. Performances

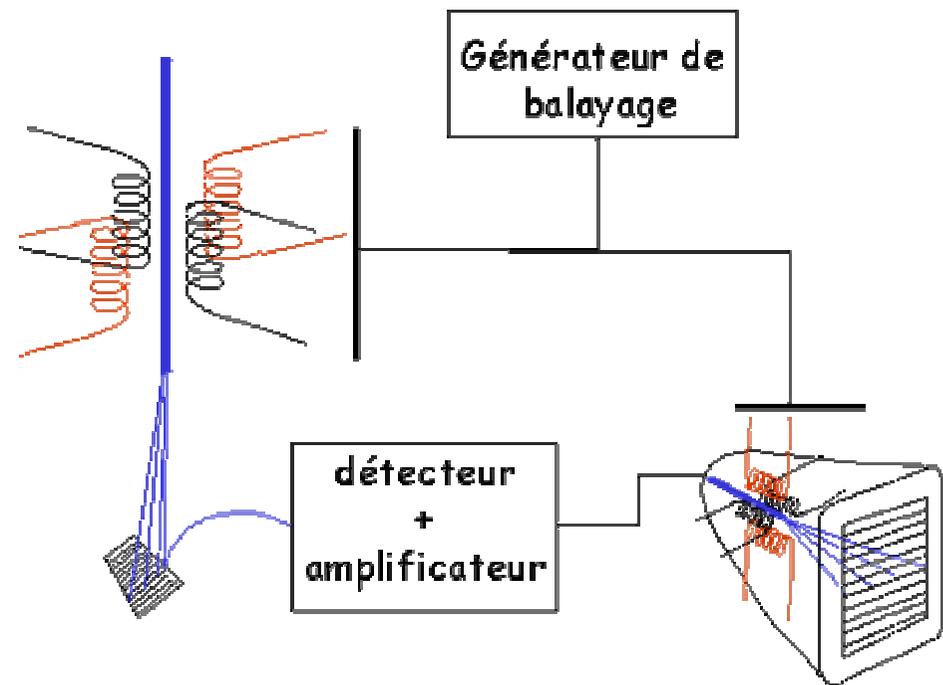
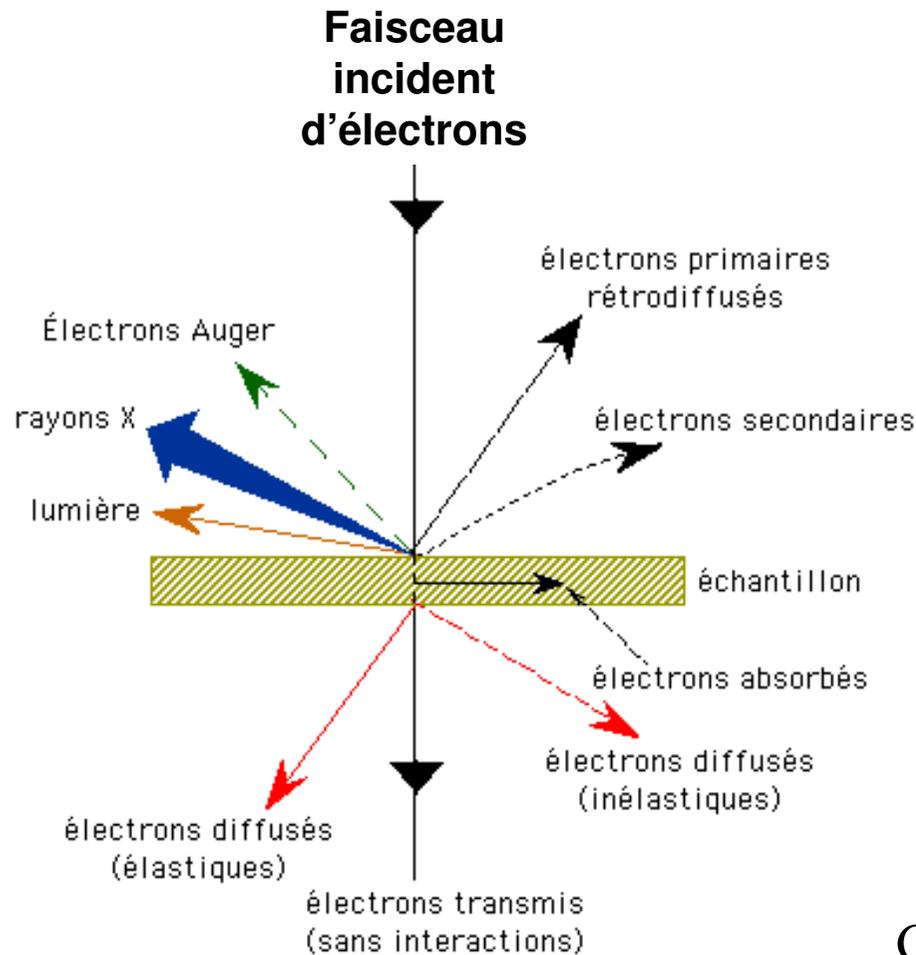
4.5.1. Résolution

4.5.2. Profondeur de champ

4.6. Microscopie pratique

4.1. Principe de formation des images

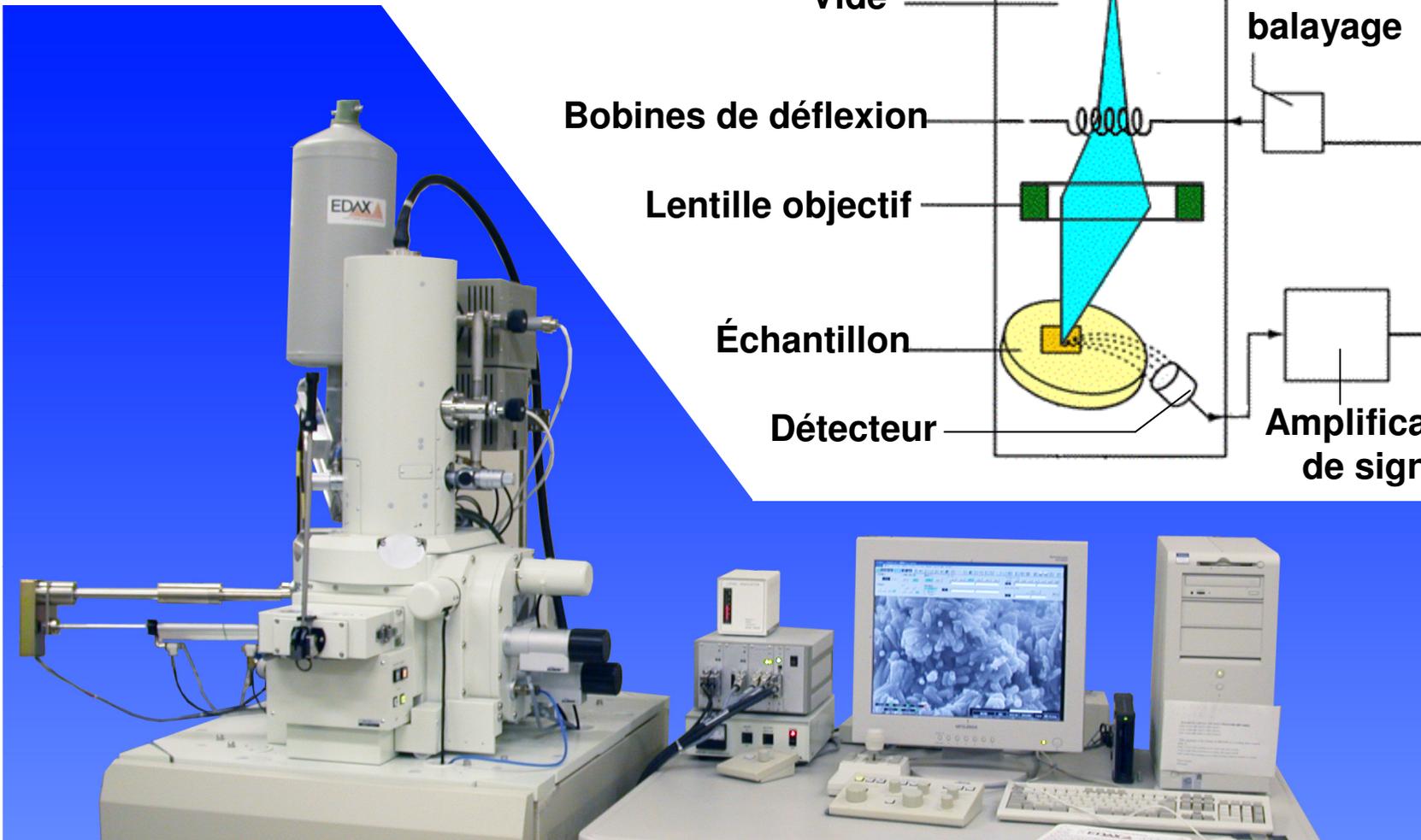
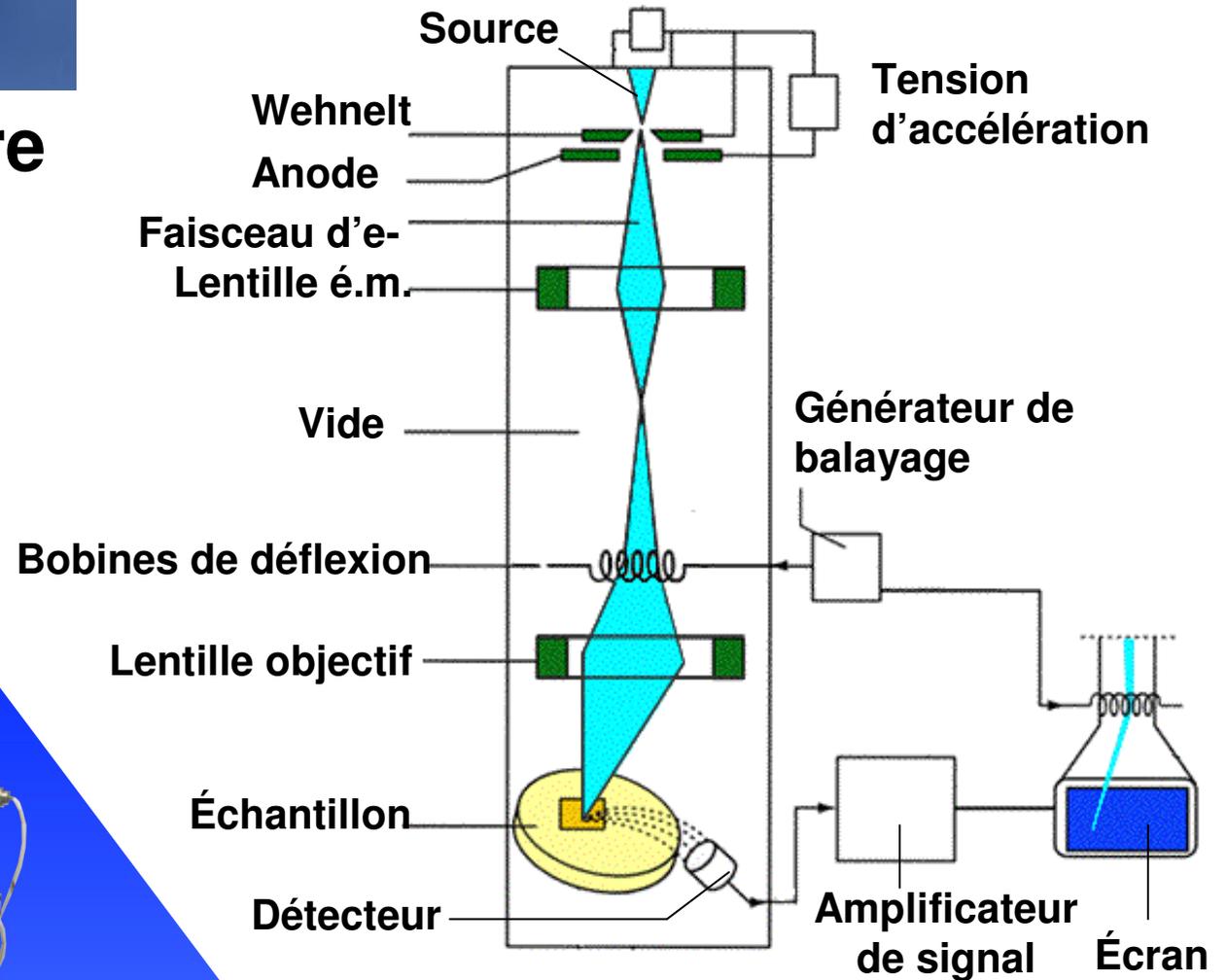
Formation d'une image par : balayage d'une zone par un faisceau d'électrons et détection de l'intensité de rayonnement émise en chaque point.



$$\text{Grandissement} = \frac{\text{Amplitude de balayage image}}{\text{Amplitude de balayage objet}}$$

MEB

4.2. Mise en œuvre

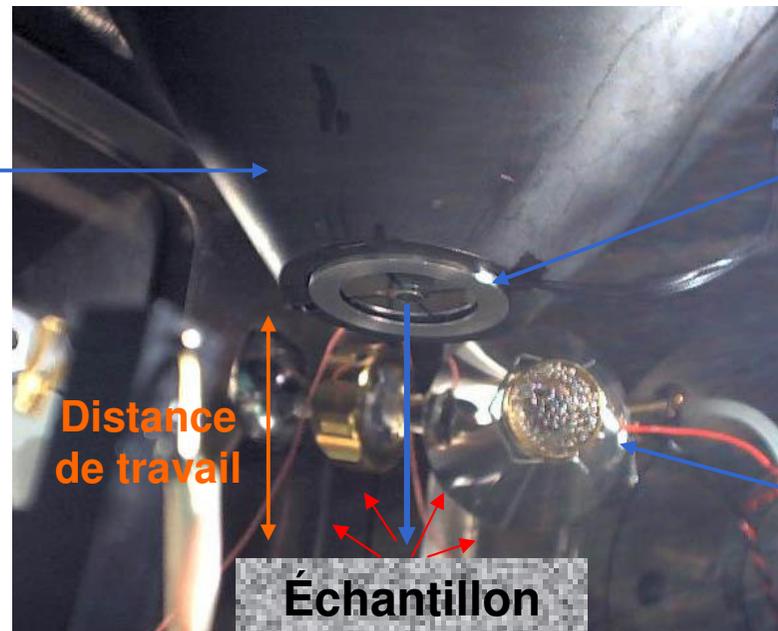


- **Canons à électrons**

	Taille de la source	Brillance (A/m ² .sr)	Dispersion en énergie (eV)	Vide nécessaire (mbar)
Thermoélectronique	10 μm	10 ⁸ - 10 ¹⁰	1	10 ⁻⁴ – 10 ⁻⁷
Émission de champ	1-10 nm	10 ¹³	0,2 – 0,4	10 ⁻⁹ – 10 ⁻¹⁰

- **Détecteurs**

Lentille objectif



Détecteur à semi-conducteur (au-dessus de l'échantillon)

Compteur à scintillation (à côté de l'échantillon)

- **Électrons secondaires**

= Électrons arrachés aux atomes au cours d'interactions inélastiques avec pertes d'énergie aléatoires

Faible énergie : ~ 50 eV \Rightarrow *on n'observe que les e- émis près de la surface*

Large dispersion en énergie \Rightarrow *leur spectre n'est pas caractéristique des atomes émetteurs*

Grande section efficace \Rightarrow *signal intense*

Section efficace légèrement dépendante de la nature des atomes émetteurs (proportionnelle à Z)

- **Électrons rétrodiffusés**

= Électrons incidents diffusés élastiquement vers l'arrière ($2\theta > 90^\circ$)

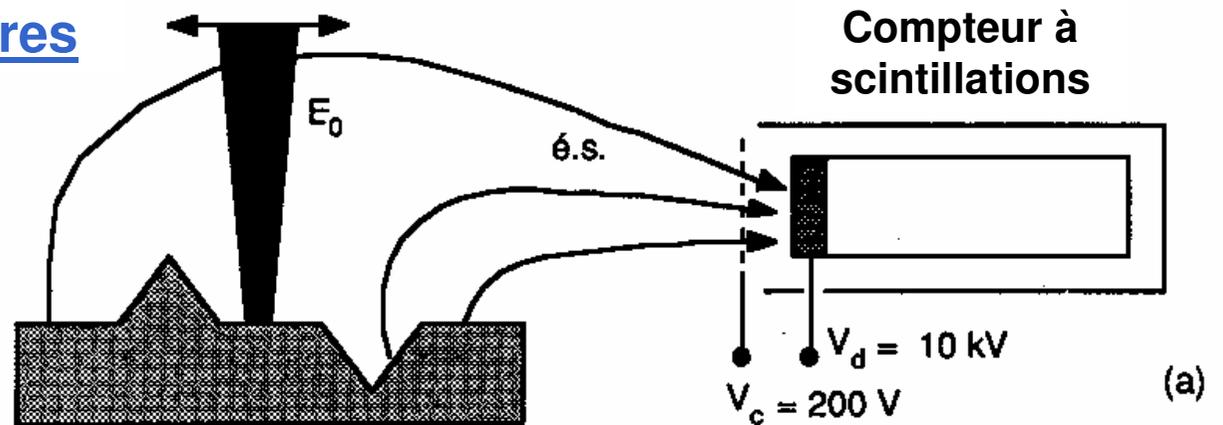
Énergie élevée : $\sim E_0$ \Rightarrow *peuvent provenir de profondeurs importantes*

Faible section efficace \Rightarrow *intensité plus faible qu'en mode é. secondaires*

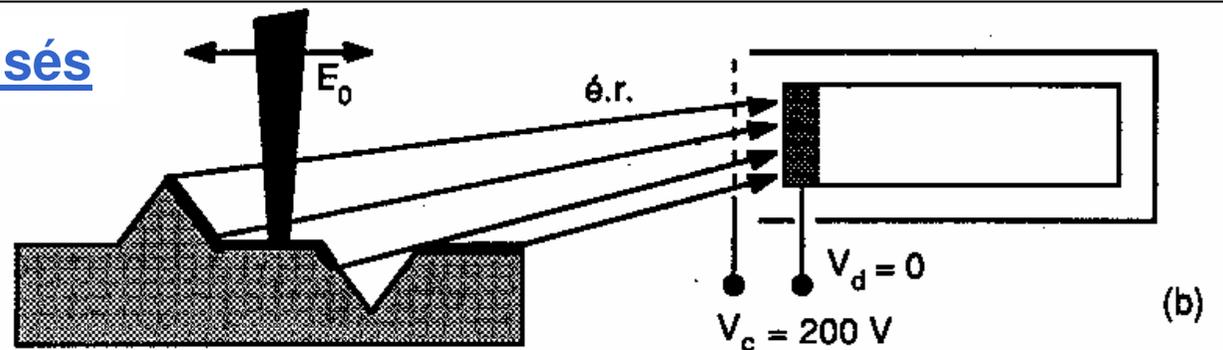
Section efficace fortement dépendante de la nature des atomes émetteurs (proportionnelle à Z^2) \Rightarrow *cartographie en éléments*

- Détection sélective des é. s. / é. r. avec le compteur à scintillation

Mode électrons secondaires

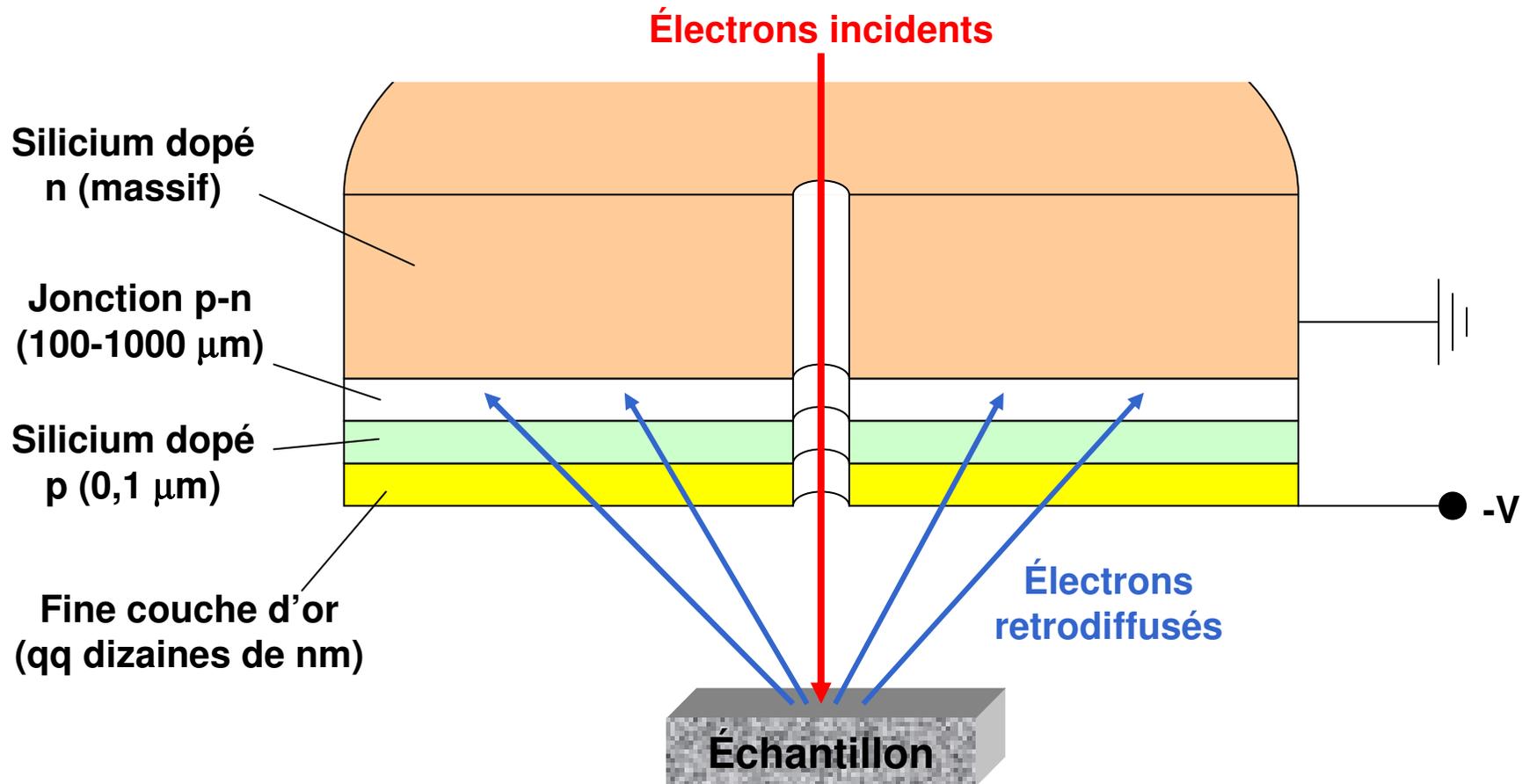


Mode électrons rétrodiffusés



V_c : tension de grille collectrice, V_d : tension d'accélération

- Détection des é. r. avec le détecteur à semi-conducteur



- Détection sur un grand angle solide
- Seuls les é. r. sont détectés car les é.s. n'ont pas assez d'énergie pour traverser la couche inactive jusqu'à la jonction p-n.

- **Contrastes de topographie**

Contraste d'inclinaison :

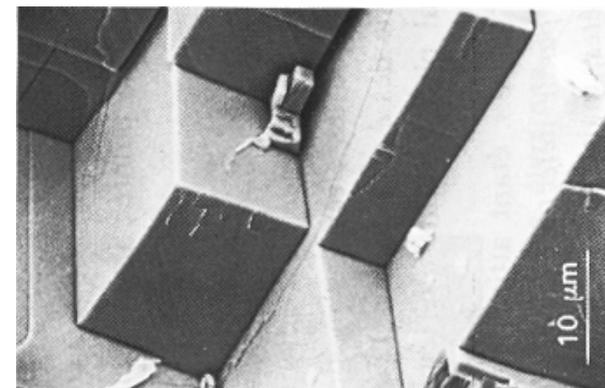
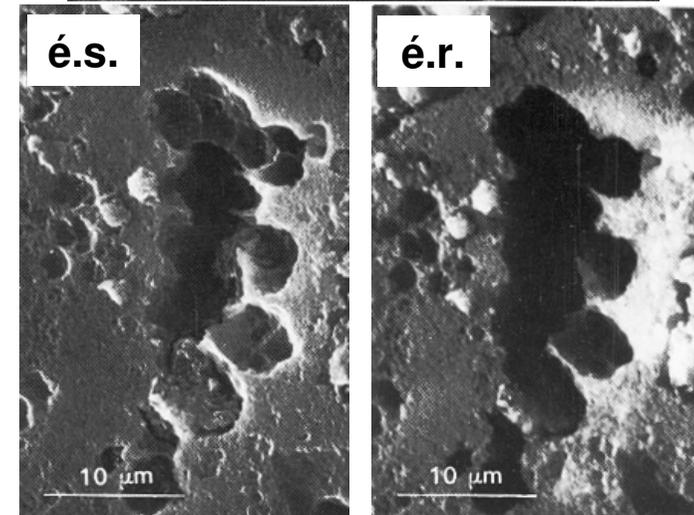
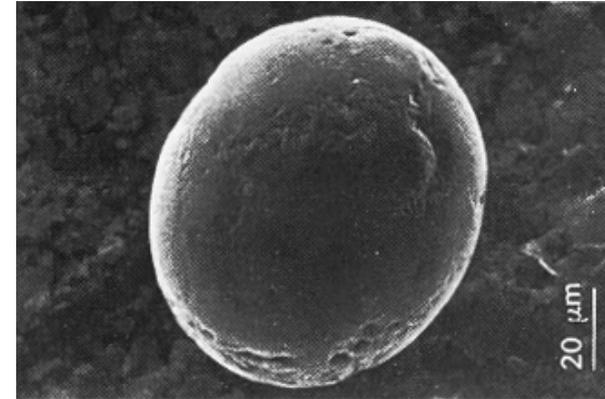
Plus le faisceau est en incidence rasante, plus l'émission d'é.s et d'é.r. est importante car ils sont créés plus près de la surface.

Contraste d'ombrage :

Les zones qui sont cachées p/r au détecteur apparaissent plus sombres car les e- émis sont plus absorbés par les parois. Ce contraste est renforcé en é.r. car leur trajectoire est rectiligne.

Contraste d'arête ou de pointe :

Par effet de champ, la barrière de potentiel est plus faible à l'extrémité d'une pointe. L'émission d' é.s et d' é.r. y est donc plus importante.

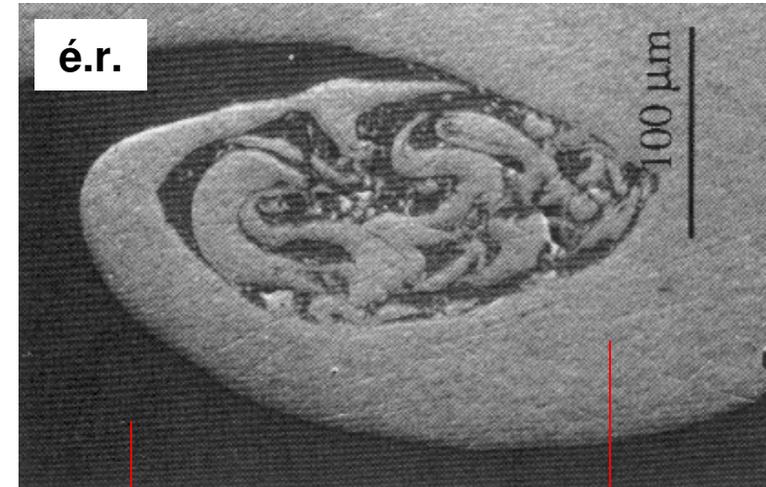


- **Contraste de composition ou de numéro atomique**

Section efficace proportionnelle à :

- Z pour les é.s. (mais ils proviennent d'une couche superficielle)
- Z^2 pour les é.r.

⇒ Les éléments lourds apparaissent plus clairs, les éléments légers apparaissent plus sombres.



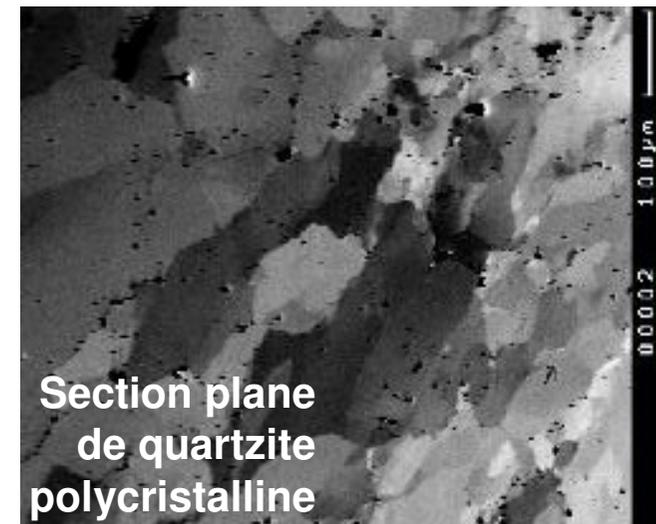
Ti (Z=22)

Cu (Z=29)

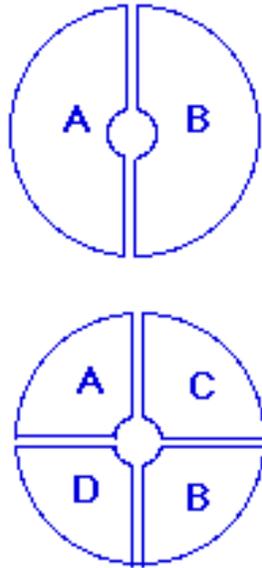
- **Contraste d'orientation cristalline**

Le phénomène de diffraction par des échantillons cristallins engendre des différences d'intensités mesurées selon l'orientation du cristal p/r au faisceau incident et au détecteur.

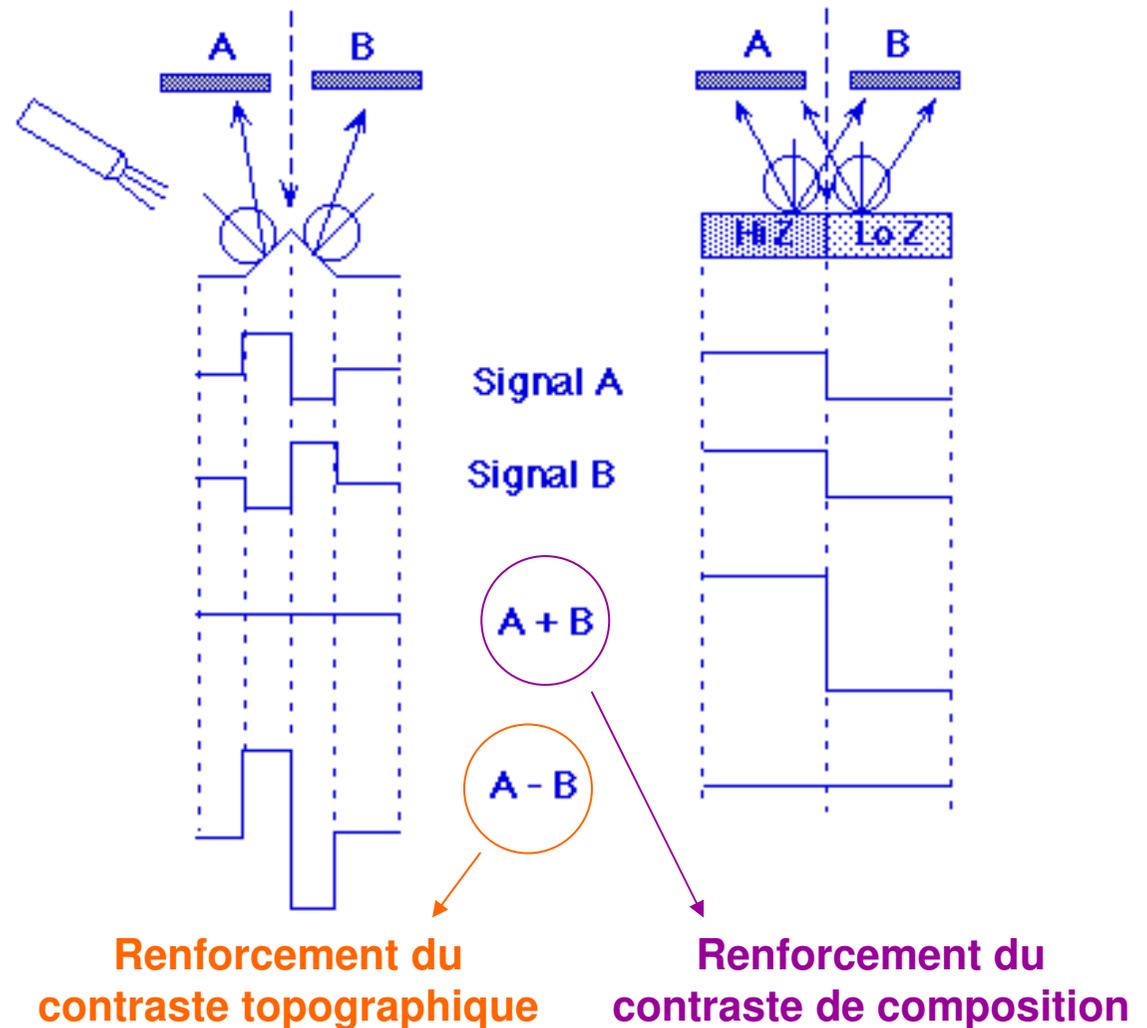
En électrons rétrodiffusés seulement car la diffraction nécessite des e- élastiques.



- Renforcer le contraste avec le détecteur à semiconducteur



Le détecteur à semiconducteur est généralement découpé en deux ou quatre secteurs pour combiner les signaux

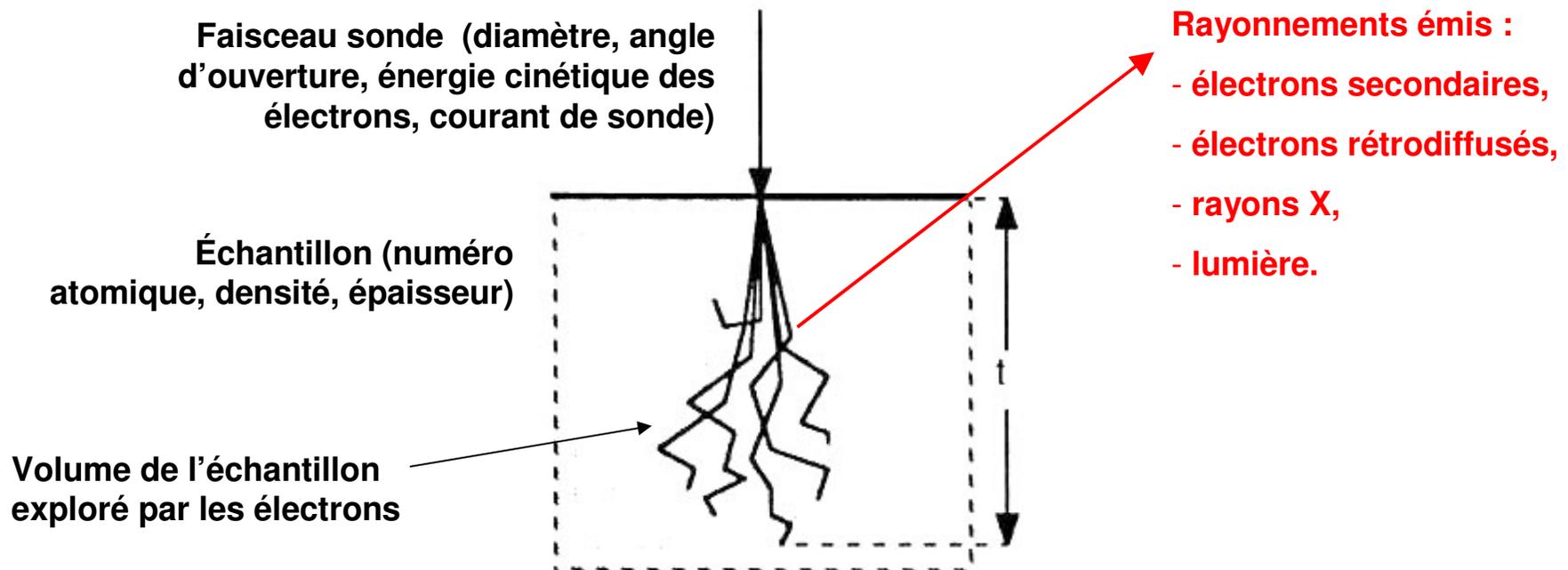


On est en mode électrons rétrodiffusés (seuls électrons mesurés par le détecteur à semi-conducteur)

Lorsqu'un point de la surface d'un échantillon est irradié par un faisceau d'électrons, des rayonnements sont émis dans tout un volume situé en dessous de la surface irradiée. Ce volume d'émission définit la résolution accessible en imagerie MEB ; il dépend de plusieurs paramètres :

- taille de la sonde \Rightarrow *taille du "pixel" sur l'objet*
- énergie des e- incidents
- numéro atomique des éléments sondés
- type de rayonnement mesuré

\Rightarrow *déterminent la profondeur de pénétration des faisceaux*

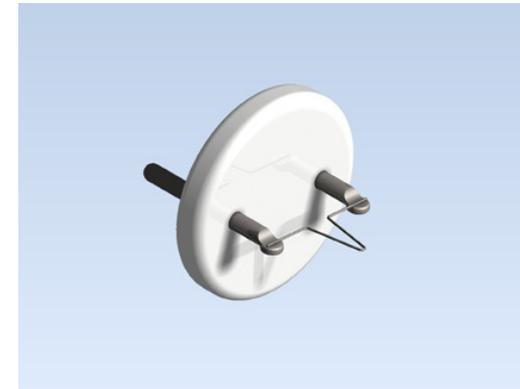


- Taille de la sonde :

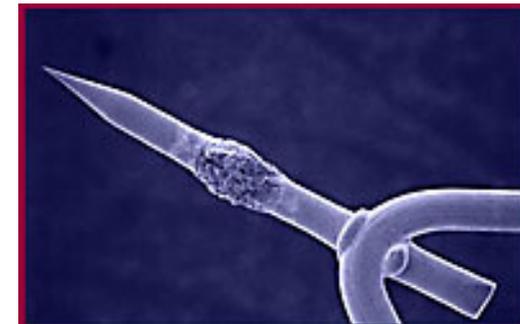
Quels sont les paramètres qui font varier le diamètre de la sonde ?

① Taille de la source (*cross-over*) : dépend du type de canon

> thermoélectronique : $d_v \sim 10 \mu\text{m}$



> effet de champ : $d_v \sim 1-10 \text{ nm}$



- Taille de la sonde :

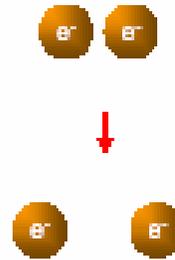
- ② Répulsions électrostatiques entre deux électrons (« chocs »)

Effet Boersch



- Les électrons se repoussent dans l'axe du faisceau
- Dispersion énergétique
- Aberration chromatique

Effet Loeffler



- Les électrons se repoussent transversalement
- Dispersion énergétique et des trajectoires
- Aberration chromatique et sphérique

Ces effets sont d'autant plus importants que la densité d'électrons est forte (courant de sonde élevé) et leur énergie cinétique faible (faible tension d'accélération).

- Taille de la sonde :

③ Transfert dans la colonne : l'image d'un point est un disque à cause du phénomène de diffraction et des défauts des lentilles (*vu en MET*).

Le diamètre de la sonde vaut :

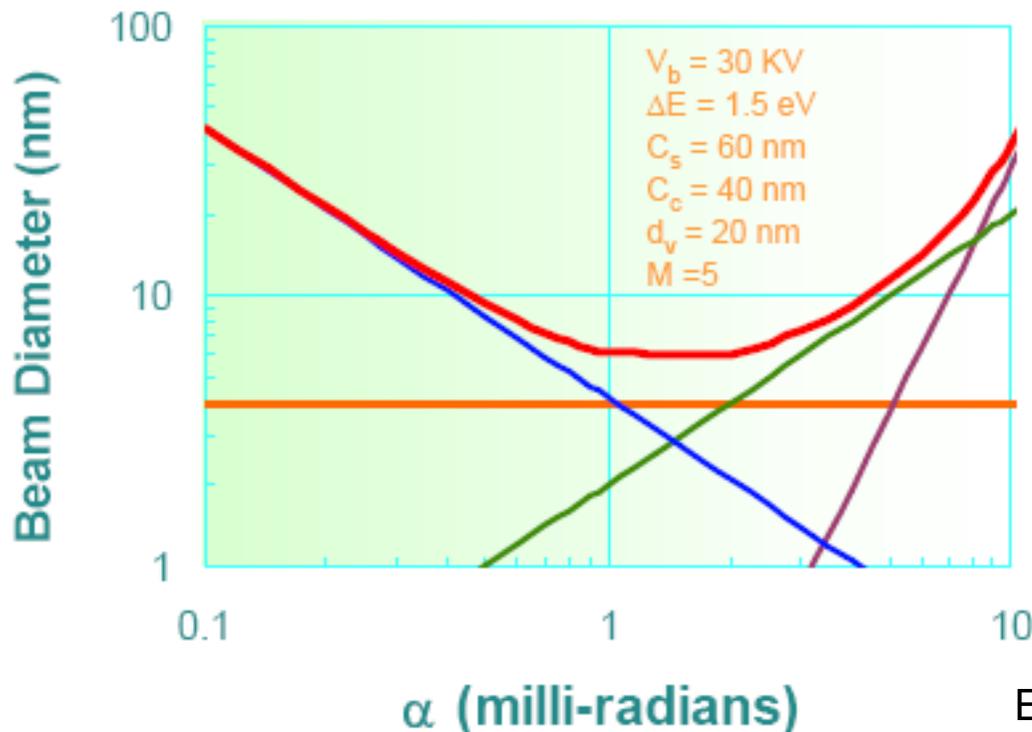
$$d = \sqrt{d_G^2 + d_D^2 + d_S^2 + d_C^2}$$

$$d_G = G d_V$$

$$d_S = \frac{1}{2} C_S \alpha^3$$

$$d_D = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \alpha}$$

$$d_C = 2C_C \alpha \frac{\Delta E}{E_0}$$



G : grandissement

α : angle d'ouverture

d_v : diamètre de la source

n : indice de réfraction du milieu

λ : longueur d'onde du rayonnement

C_S : coefficient d'aberration sphérique

C_C : coefficient d'aberration chromatique

E_0 : énergie cinétique moyenne des électrons

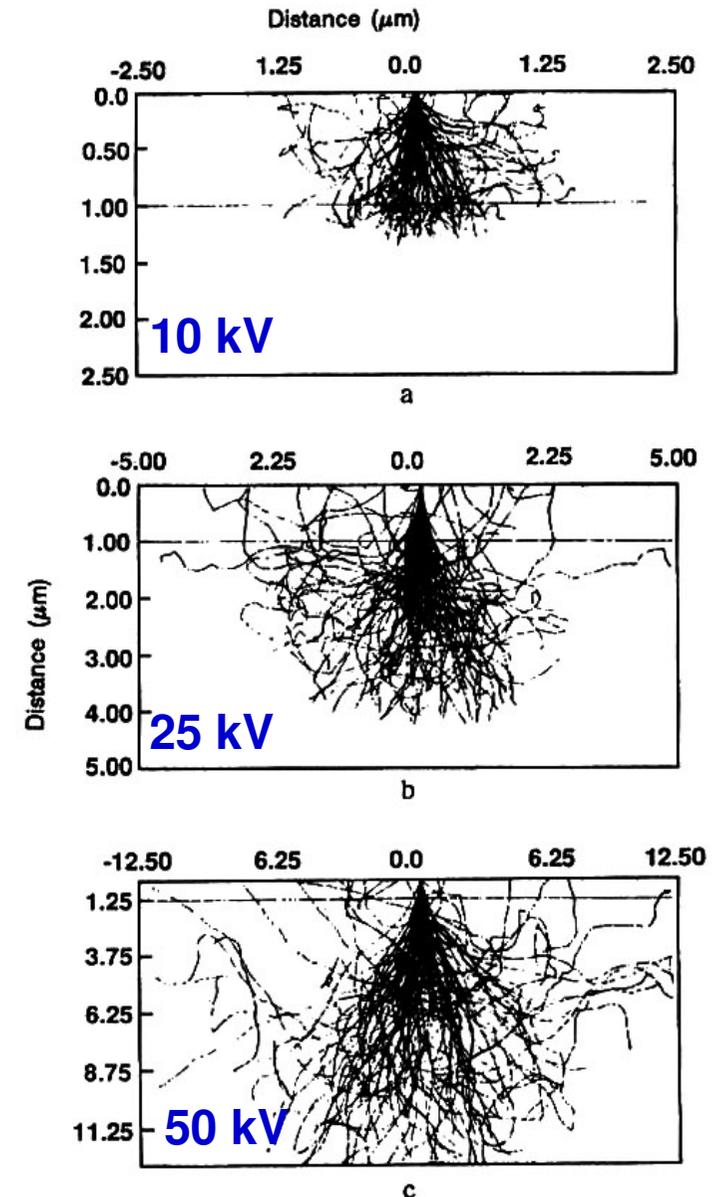
ΔE : largeur de la distribution en énergie cinétique

- Influence de l'énergie cinétique des électrons incidents :

Déjà vu : forte tension d'accélération \Rightarrow meilleure résolution (minimisation des répulsions électrostatiques et de l'aberration chromatique)

Mais il faut aussi tenir compte des **interactions avec l'échantillon**. Plus la tension d'accélération est élevée, plus les électrons pénètrent profondément dans l'échantillon et moins les rayonnements émis sont caractéristiques de la topographie de la zone d'incidence du faisceau.

En travaillant à faible tension d'accélération, on obtient un meilleur contraste pour l'observation des détails de la surface de l'échantillon.

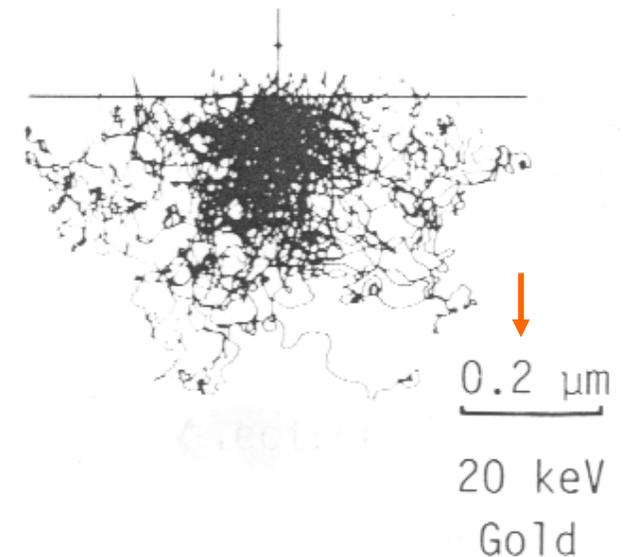
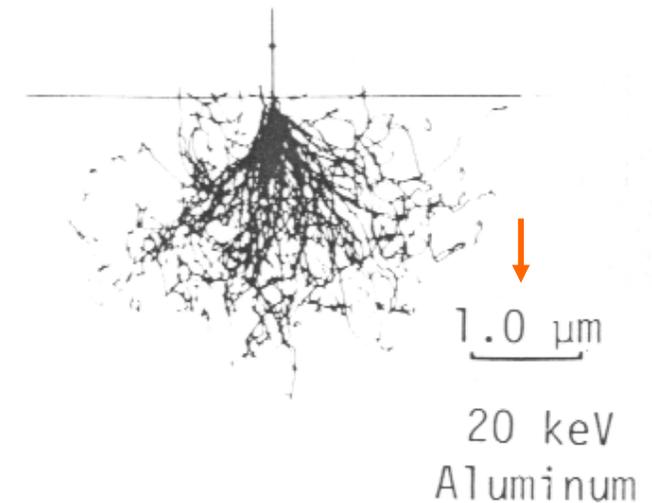


- Influence du numéro atomique du matériau :

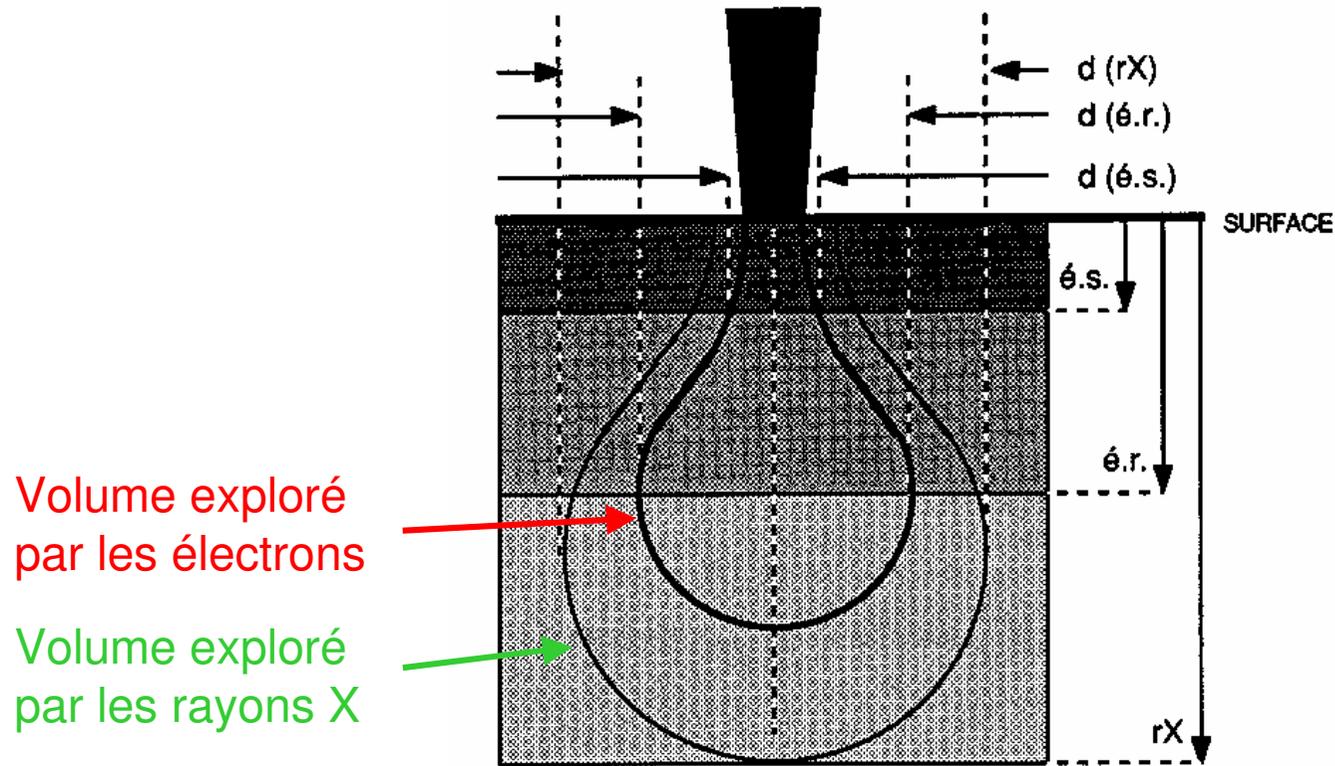
La section efficace de diffusion des électrons augmente avec le numéro atomique (en Z pour les électrons secondaires, en Z^2 pour les électrons retrodiffusés).

Pour les matériaux de numéro atomique élevé, les électrons sont plus fortement diffusés et explorent donc un volume moindre de l'échantillon.

La résolution en MEB est donc meilleure pour un échantillon composé d'éléments lourds que pour un échantillon composé d'éléments légers.



- Influence de la nature du rayonnement utilisé pour former l'image :



Typiquement :

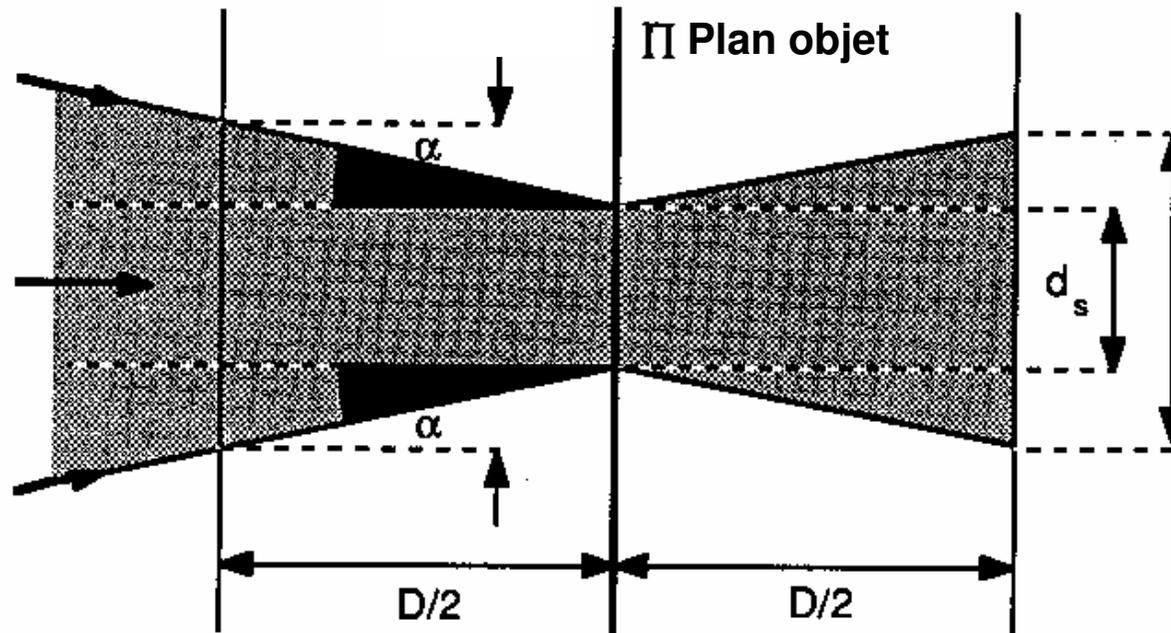
$d(\acute{e}.s.) = 1-10 \text{ nm}$

$d(\acute{e}.r.) = 10-50 \text{ nm}$

$d(RX) = \text{de l'ordre du micron}$

4.5.2. Profondeur de champ D

= distance des positions extrêmes du plan objet sans qu'il y ait perte de résolution (i.e. profondeur sur laquelle les détails de l'objet apparaissent nets).



$$d_s + \alpha D = \frac{\varepsilon}{G}$$

 \Rightarrow

D=1000 μm pour G=1000

D=100 μm pour G=10000

ε : distance de séparation de l'œil ($\sim 0,2$ mm) ; G : Grandissement ; α : angle d'ouverture du faisceau incident

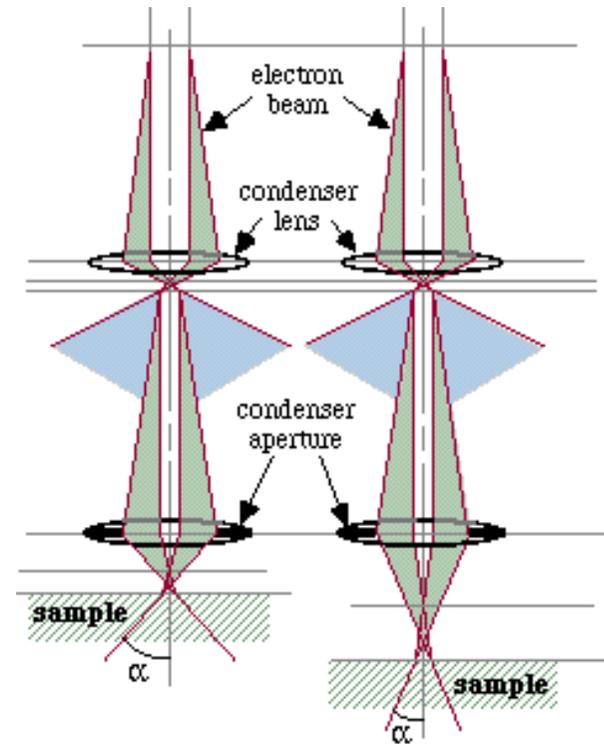
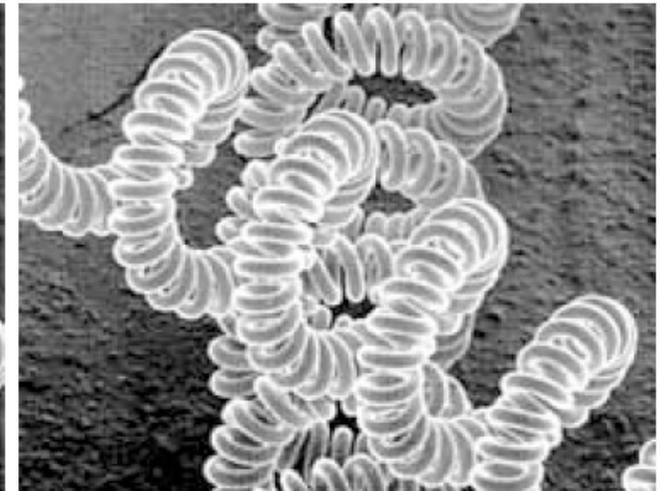
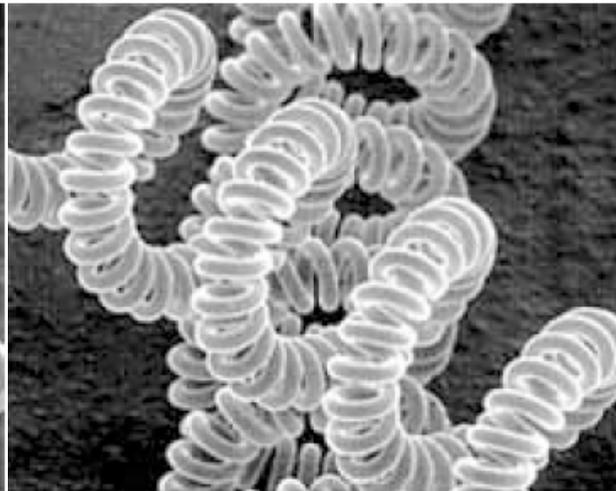
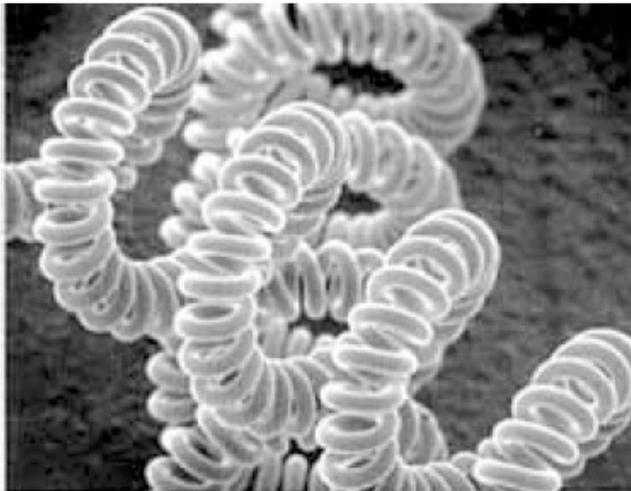
Augmenter la **distance de travail** (*working distance*, *WD*) permet d'obtenir une plus grande profondeur de champ mais fait perdre en résolution car on augmente les aberrations sphériques (C_s augmente avec la distance focale, visible pour les forts grossissements surtout) :

Tension d'accélération : 5 kV, Grandissement : x 540

a) **WD = 10 mm**

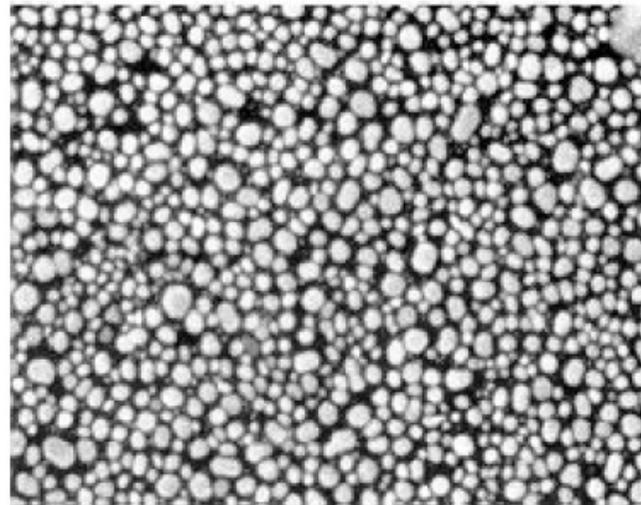
b) **WD = 20 mm**

c) **WD = 38 mm**



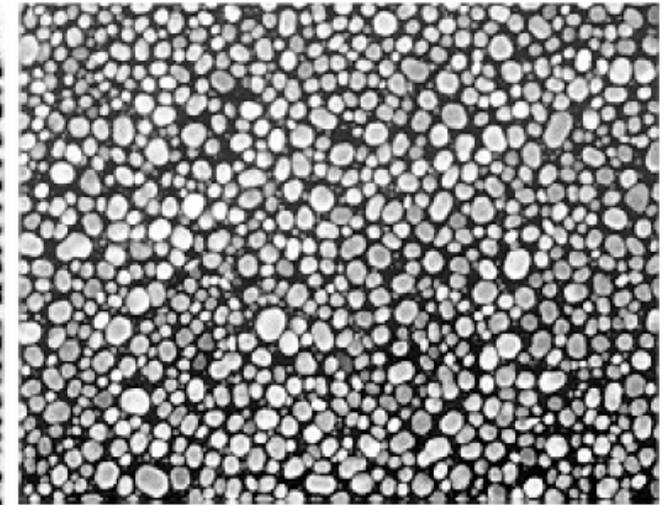
4.6. Microscopie pratique

A fort grandissement, augmenter la **tension d'accélération** permet d'améliorer la résolution (netteté de l'image) :



(a) 5 kV

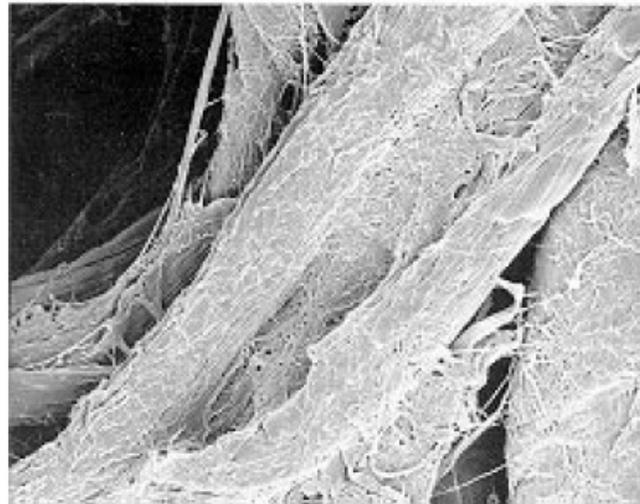
x 36,000



(b) 25 kV

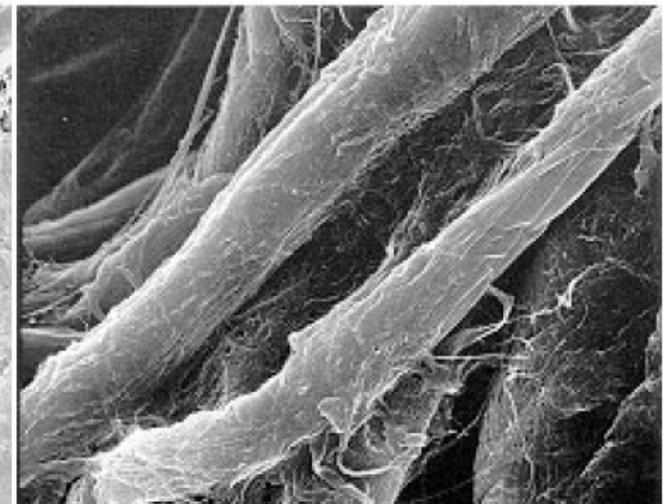
x 36,000

A faible grandissement, diminuer la **tension d'accélération** permet d'améliorer le contraste des détails en surface.



(a) 5 kV

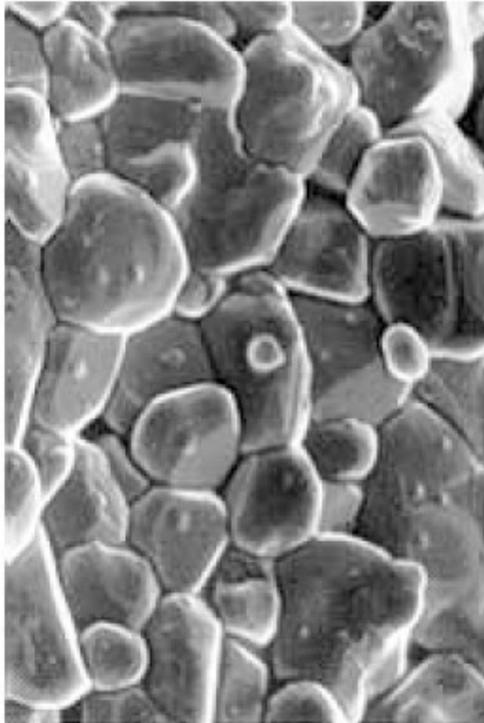
x 1,400



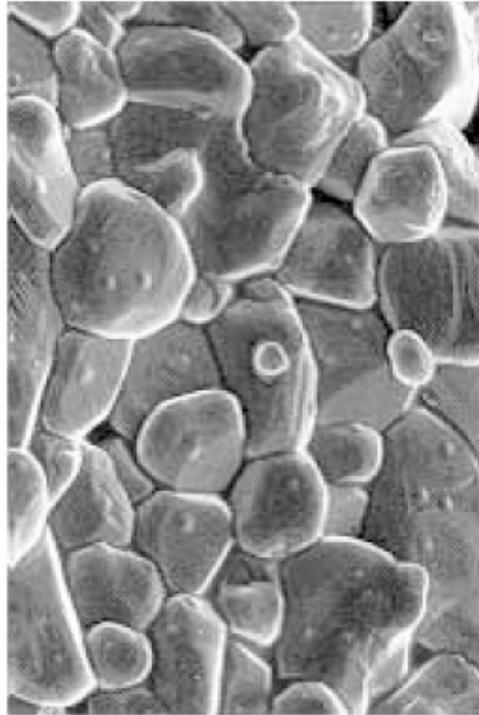
(b) 25 kV

x 1,400

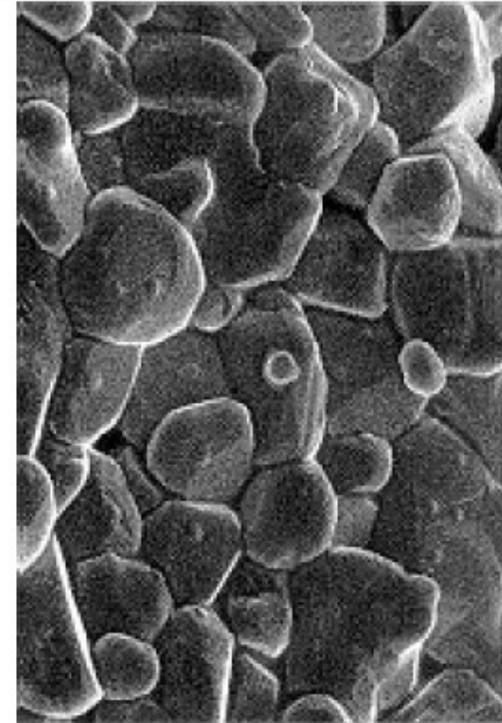
Diminuer le **courant de sonde** permet d'améliorer la résolution (netteté) et d'éviter la dégradation de l'échantillon mais l'image devient plus granuleuse car la statistique de mesure est moins bonne :



a) 1 nA



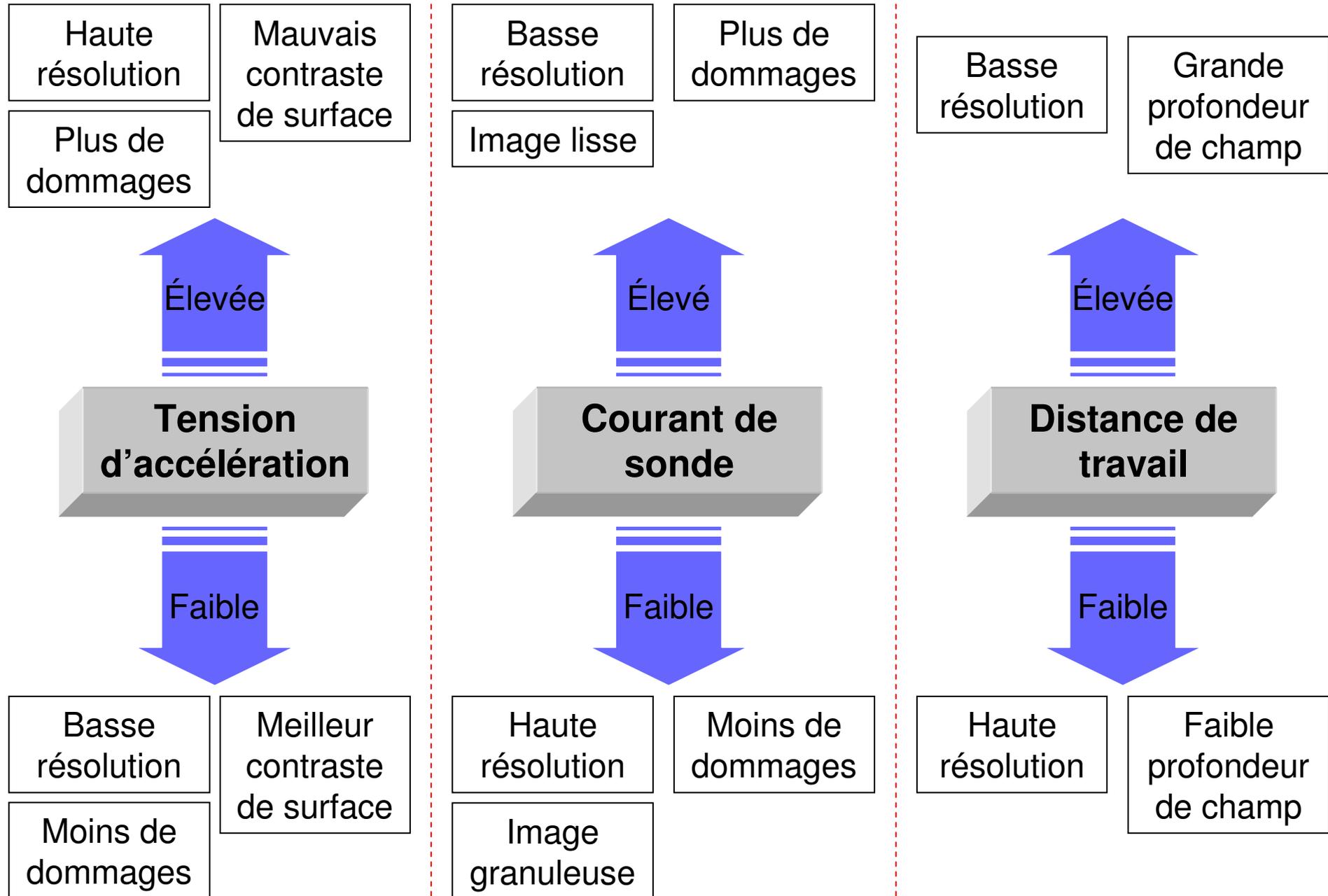
b) 0,1 nA



c) 10 pA

Tension d'accélération : 10 kV, Grandissement : x 5400

4.6. Microscopie pratique : résumé

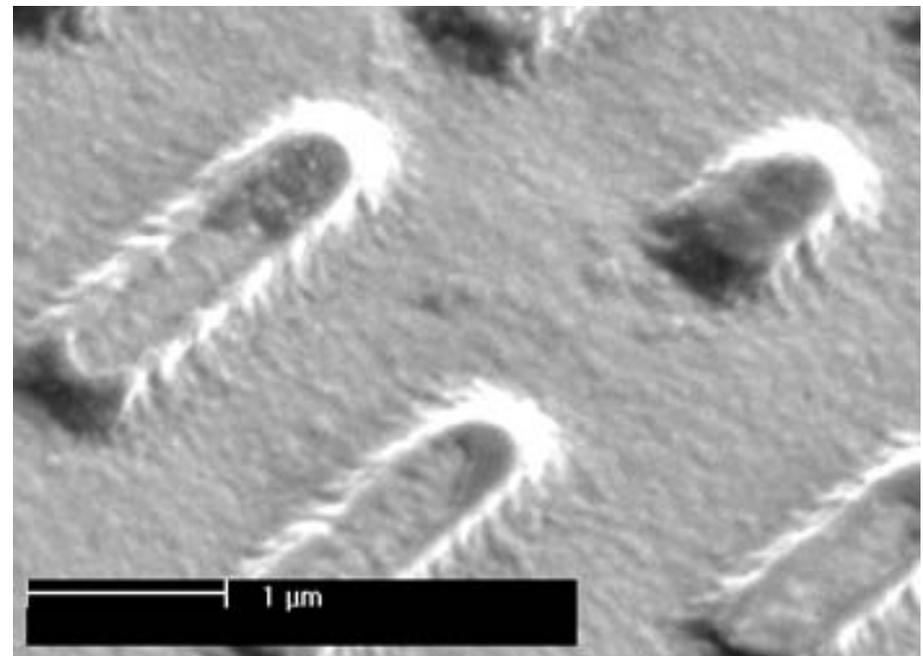
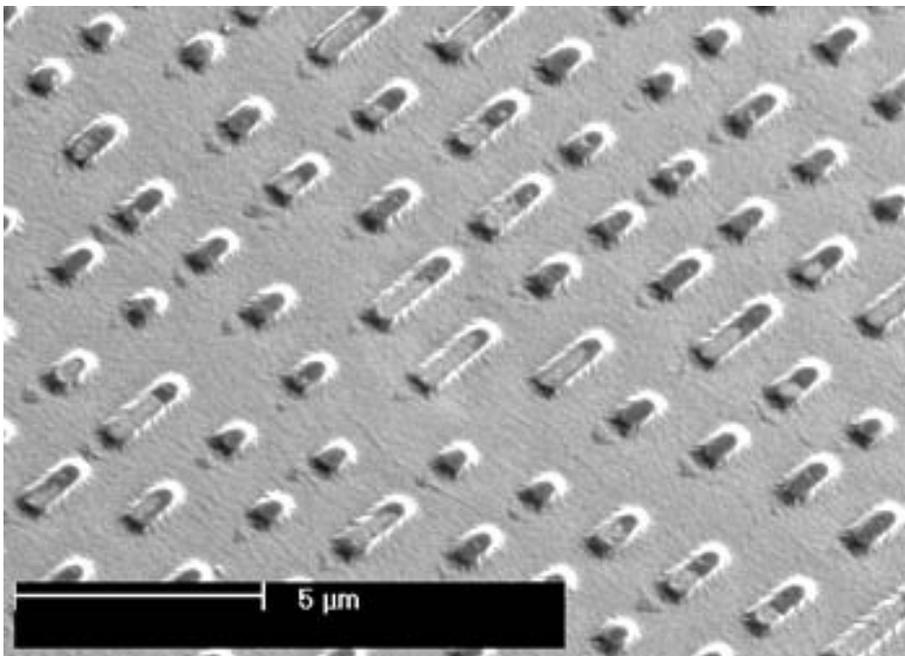
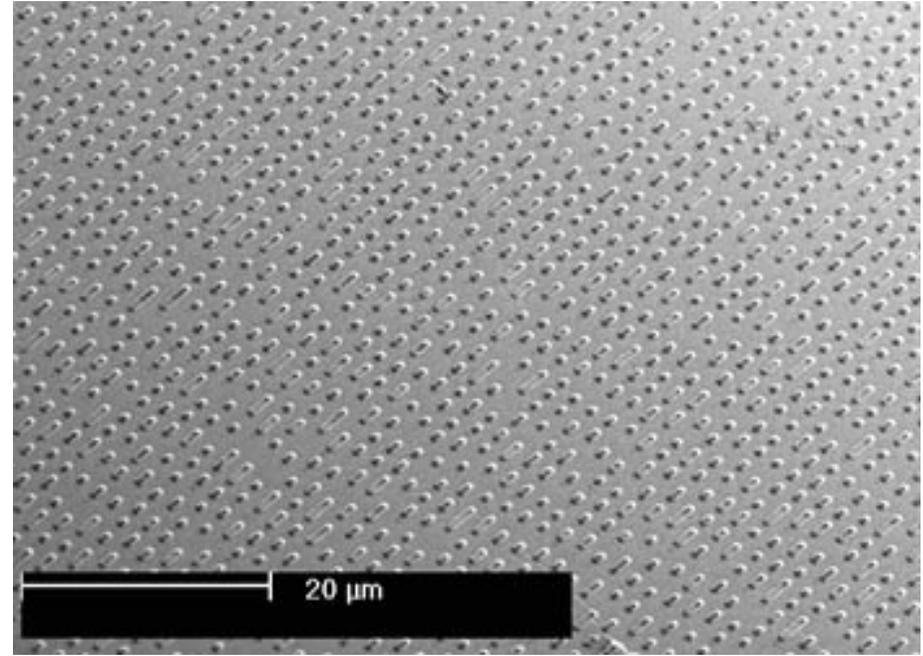


- **Préparation des échantillons**

- **Les échantillons peuvent être massifs (contrairement au MET).**
- **Les électrons doivent être évacués de la surface de l'échantillon pour éviter un effet de charge \Rightarrow échantillons conducteurs ou métallisés, utilisation de laques et scotchs conducteurs.**
- **Les échantillons doivent résister au vide et aux électrons.**
 - **vide et effet thermique \Rightarrow lyophilisation ou sublimation au point critique pour les échantillons contenant de l'eau**
 - **effet de déplacement atomique :**
 - $\Delta E_{\text{élastique}} < \text{seuil de déplacement atomique}$**
 - $\Rightarrow E_0$ pas trop élevée pour étudier les éléments légers.**

MEB

Illustration : un disque compact



**Pour le prochain cours, lire le fascicule
jusqu'à la FIN**