

Imagerie et analyses : de la 2D à la 3D. Le MEB-FIB (faisceau d'ions focalisé) : principe et applications

Jeudi 1^{er} décembre 2011

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h00 **Reconstruction de surface 3D par stéréoscopie MEB : principes, algorithmes et résultats**

Guy LE BESNERAIS, Onera/DTIM, Denis BOIVIN, Onera/DMSM

La reconstruction de surfaces 3D par stéréoscopie utilise aujourd'hui de nombreuses modalités d'imagerie, en particulier l'imagerie MEB.

A partir de l'expérience acquise dans le projet pluridisciplinaire "Surfaces rugueuses" mené il y a quelques années à l'ONERA, nous présentons le principe de ces mesures, les contraintes qu'elles font porter sur l'expérimentation et les différents protocoles et algorithmes de mesures qui ont été développés à l'ONERA.

Nous aborderons en particulier la notion d'autocalibration (self-calibration) qui permet de simplifier les procédures d'étalonnage des appareils. La présentation se terminera en évoquant les avancées récentes concernant les algorithmes et les architectures de calcul parallèle, qui permettent d'envisager de traitement de données massives en temps court

10h00 - 10h30 **Imagerie Confocale Raman : Principe, instrumentation et applications.**

Maxime TCHAYA NJANTIO, (WiTec GmbH)

Le développement de la microscopie confocale au cours du siècle dernier a rendu possible l'analyse tridimensionnelle de micro- et nano-objets. Appliquée à l'imagerie Raman, cette technique permet l'obtention d'informations chimiques tridimensionnelles à la limite de la diffraction. La mise en place d'une ouverture devant le détecteur empêche à tout signal ne provenant pas du point focal d'excitation d'être détecté [1-3]. Ceci permet l'obtention d'images avec une résolution spatiale d'environ 230 nm et un rapport signal/bruit minimal.

La présente contribution décrit d'une part le principe et l'instrumentation de l'imagerie confocale Raman et d'autre part, des exemples d'applications réalisés avec des microscopes WITec. Sur ce dernier point, le couplage de l'analyse Raman à d'autres techniques telles que l'AFM (Atomic Force Microscopy), la profilométrie optique et la microscopie à champ proche (SNOM) est développé.

References

[1] P. Lasch, A. Hermelink, and D. Naumann, The Analyst, (2009).

[2] A. Jungen, V. N. Popov, C. Stampfer, C. Durrer, S. Stoll, and C. Hierold, Physical Review 75, (2007).

[3] T. Dieing and O. Hollricher, Vibrational Spectroscopy 48, (2008).

**GN-MEBA 1 - 2 décembre 2011 : Imagerie et analyses : de la 2D à la 3D.
Le MEB-FIB: principe et applications**

10h30 - 14h00 **Exposition Constructeurs et Stand EDP Sciences**, Caves Esclangon - Jussieu, avec pause café et repas (buffet froid) offerts aux adhérents du groupement par le GN-MEBA et les constructeurs.

14h00 - 14h30 **Assemblée Générale du GN-MEBA**

14h30 - 15h00 **Les 50 ans du Groupement : Si l'histoire du GN-MEBA m'était contée.**

Jacky RUSTE (GN-MEBA)

15h00 - 15h15 **Introduction à la thématique MEB-FIB.**

Florence ROBAUT (CMTC Grenoble-INP)

15h15 - 15h45 *Pause*

15h45 - 16h15 **FIB : Canon et Colonne ioniques.**

Frédéric CHARLOT (CMTC Grenoble-INP)

Bien que le développement d'instruments utilisant un faisceau d'ions focalisé (FIB) date de plusieurs décennies, cette technique est en plein essor ces dernières années et s'ouvre à des domaines très variés. L'apparition d'instruments alliant une colonne électronique (MEB) et une colonne ionique (FIB) est très certainement la raison de cet essor.

Il est donc important de mieux appréhender les différents éléments constituant les FIB, en particulier la source ionique permettant de générer le faisceau ionique et la colonne ionique permettant la focalisation de ce faisceau à la surface de l'échantillon.

Les différents éléments constituant la source ionique et la colonne ionique seront exposés. Seules les sources ioniques actuellement couramment utilisées, à savoir les sources métalliques sous forme liquide (LMIS), seront discutées. L'utilisation d'ions plutôt que des électrons, par la physique même de ces particules, conditionne les choix technologiques par rapport à une colonne électronique, en particulier l'utilisation de lentilles électrostatiques et non plus de lentilles électromagnétiques.

16h15 - 17h15 **Interactions ions-matière mises en jeu dans l'abrasion et le dépôt par voie ionique. Influence des conditions opératoires sur les travaux en faisceau d'ions : abrasion, dépôt.**

Jean-Claude MENARD (Carl Zeiss)

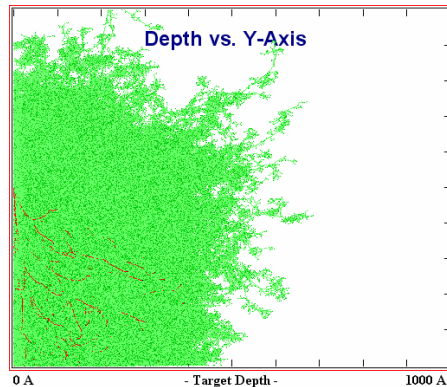
L'interaction faisceau d'électrons - matière a très largement été explorée et décrite ces trente dernières années. La prise en compte du comportement des électrons primaires fonction de leurs débits, de leurs énergies, de leurs incidences sur un matériau quelconque, permet aujourd'hui à tous les utilisateurs d'apporter par le choix approprié des conditions opératoires, de nouvelles performances en imagerie et/ou en micro (nano) analyses.

L'avènement de nouveaux instruments conceptuellement très proches d'un microscope électronique à balayage mais capables de générer des ions introduit de nouvelles notions que l'utilisateur d'un FIB doit pouvoir appréhender pour obtenir les meilleurs résultats.

- Quelles sont les interactions des ions avec les solides ?*
- Quelles informations sont produites suite à ces interactions*
- Quels sont les artefacts liés à l'utilisation d'ions et comment les minimiser ?*

- Quelles performances sont atteignables aujourd'hui et quelles sont les perspectives pour l'avenir ?

La présentation ne se veut pas exhaustive mais énumère la plupart des interactions et les moyens mis en œuvre pour optimiser l'utilisation d'un FIB.



Simulation de trajectoires d'ions Ga à 30 k V dans du Silicium

Vendredi 2 décembre 2011

09h00 - 09h30 Apport des accessoires du MEB-FIB à travers différentes applications.

Eric GAUTIER (CNRS Spintec Grenoble)

09h30 - 10h00 Mécanismes et stratégies de dépôts assistés par FIB

Guillaume AUDOIT (CEA Leti Grenoble)

Réaliser un dépôt par FIB est une étape courante intervenant dans de multiples applications comme la protection de surface lors de la réalisation d'une coupe ou d'une préparation TEM. Les équipements FIB, de par leur capacité à graver et à réaliser des dépôts sont de plus en plus utilisés à des fins de « nano-prototyping » pour la réalisation de structures plus ou moins complexes.

Cette présentation exposera les mécanismes mis en jeu lors de dépôts assistés par FIB et détaillera l'influence des paramètres du faisceau et du scan (dwell time, beam overlap, balayage...) sur le dépôt obtenu. Des problématiques concrètes de dépôt seront présentées.

10h00 - 10h30 Préparation de lames TEM et autres applications liées au domaine semi-conducteur et aux systèmes microélectromécaniques.

David TROADEC (IEMN Lille)

L'observation et l'analyse de matériaux par microscopie en transmission nécessitent une préparation préalable de l'échantillon afin d'obtenir une lame mince transparente aux électrons.

Différentes techniques existent, cet exposé développera la préparation par faisceau d'ions focalisés (FIB).

Après une présentation du microscope et de ses accessoires, les différentes étapes de la préparation seront détaillées avant d'exposer les avantages et inconvénients de cette technique.

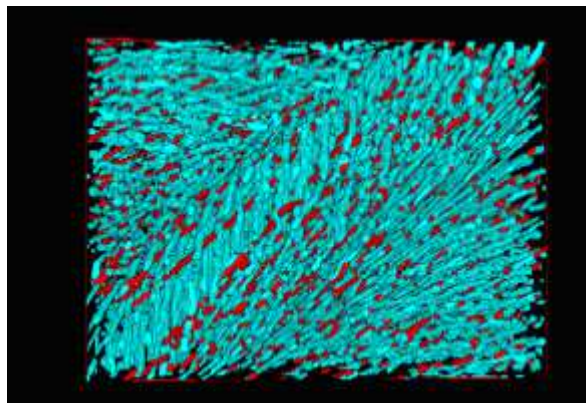
Une dernière partie sera consacrée aux applications du FIB dans le domaine du semi-conducteur et des systèmes microélectromécaniques (MEMS).

10h30 - 11h00 Pause

11h00 – 11h30 Applications diverses 3D.

Marco CANTONI (EPFL Lausanne)

La nano-tomographie par FIB combine le micro- (ou nano-) usinage avec les différentes possibilités en imagerie électronique d'un MEB moderne. La performance du microscope à basse tension d'accélération est primordiale pour une reconstruction réussite du volume à examiner. Le volume d'interaction doit être impérativement inférieur à l'épaisseur des couches enlevées à chaque « coupe ». Le rendement des détecteurs a un impact sur la vitesse d'acquisition. Si différents détecteurs sont disponibles en parallèle l'enregistrement des informations complémentaires devient possible pour assurer une segmentation et reconstruction des structures complexe.



*Reconstruction de deux types de précipités dans une soudure sans plomb.
Pour identifier les deux phases il était nécessaire d'enregistrer deux images (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés) en même temps.*

Quelques exemples illustrent le bon choix de paramètres, des astuces pour une reconstruction réussite vont être présentées. Les limites (raisonnables) de la technique en termes de résolution et volumes accessibles vont être illustrés et comparés avec des techniques voisines ou alternatives

11h30 - 12h00 Microanalyse EDS en 3D par MEB-FIB : perspectives et limitations.

Pierre BURDET (EPFL Lausanne)

En utilisant la spectrométrie des rayons-X à sélection d'énergie (EDS), l'imagerie 3D par MEB-FIB peut être étendue à la microanalyse en 3D. Dans le processus séquentiel d'acquisition, les images spectrales sont enregistrées en parallèle des images MEB. Une cartographie X en 3D de l'échantillon est ainsi obtenue.

Une partie des limitations de cette technique sont identiques à celles rencontrées en 2D, comme la résolution spatiale, limitée par la nécessité d'une haute tension d'accélération, et comme la précision de l'analyse quantitative. D'autres limitations sont plus spécifiques à la technique MEB-FIB. D'une part, la géométrie d'acquisition engendre des complications comme l'ombrage du détecteur ainsi que l'inclinaison de la surface. D'autre part, le temps par

séquence d'acquisition est critique pour le volume total analysé. Le temps pour enregistrer une image spectrale est limitant dans une séquence.

Pour l'analyse d'image, la complémentarité des images MEB et des cartographies X peut être exploitée pour améliorer la reconstruction 3D finale. Par exemple, les phases chimiques sont identifiées et segmentées sur la base des images spectrales. Cette segmentation est affinée grâce aux images MEB qui ont une meilleure résolution spatiale.

Dans une autre perspective, la microanalyse 3D ouvre de nouvelles possibilités pour la quantification EDS. Cette dernière peut être améliorée en tenant compte des pixels avoisinants afin de corriger les problèmes liés au volume d'interaction.

12h00 - 12h30 EBSD 3D par MEB-FIB.

Dominique LOISNARD, Lucie SAINTOYANT (EDF Renardières, Moret sur Loing)

12h30 - 12h50 Procédure de correction de dérive lors de séries 3D en FIB

Bertrand Van de Moortèle (Université de Lyon, École Normale Supérieure de Lyon, Lab. de Géologie de Lyon UMR CNRS 5570, 15, Parvis René Descartes, 69342 Lyon cedex 07)

H. Yuan, T. Epicier (Université de Lyon, INSA de Lyon, MATEIS UMR CNRS 5510, Bât. B. Pascal, 69621 Villeurbanne Cedex)

J.C. Ménard (Carl Zeiss SMT S.A.S, 27 rue des Peupliers, 82752 Nanterre)

L'acquisition d'une série d'images en vue d'une étude 3D par FIB/SEM est un processus long allant de 2-3 heures à plus de 24 heures selon la résolution souhaitée en z, la taille du volume à reconstruire, le rapport signal-sur-bruit des images, etc... Des expériences aussi longues nécessitent une stabilité parfaite de nombreux paramètres : la température de la pièce, la source électronique, le système de refroidissement des lentilles, etc... Un autre critère important est la stabilisation de l'objet dans le microscope aussi bien mécaniquement (dérive de la platine après un grand débattement) qu'électrostatiquement (en particulier dans le cas d'expériences 3D sur des objets non-conducteurs). L'idéal serait évidemment de pouvoir positionner l'objet pour réaliser la 3D quelques heures avant le début de l'expérience puis de lancer celle-ci (notamment à distance). De plus, il serait optimal de disposer d'une machine dédiée uniquement aux expériences 3D. La réalité est que peu de laboratoires disposent encore à ce jour d'équipements FIB, et encore moins dédiés à la 3D. Une organisation ergonomique consiste à réserver les sessions de jours à la préparation TEM, lithogravure, aux dépôts, nano-usinages, etc..., et les sessions de soir et week-end aux expériences plus longues de FIB-3D : tomo FIB, EDX -3D et EBSD-3D.

Notre expérience montre qu'il suffit de quelques dizaines de minutes pour atteindre une bonne stabilité mécanique de la platine, alors que la préparation d'une zone pour une expérience 3D peut prendre plusieurs heures. Par ailleurs, nous avons constaté quasi-systématiquement une légère dérive continue lors des premières heures d'acquisitions, probablement liée à des phénomènes de charges, qui n'affectent pas l'abrasion ionique, mais qui nuisent à l'acquisition des séries d'images : cette dérive entraîne évidemment une limitation sur le volume reconstruit ('cropping'), voire aboutit parfois à une perte totale de la zone d'intérêt en cours ou en fin d'expérience.

Pour pallier ces inconvénients, nous présentons ici une approche de recalage dynamique, c'est-à-dire pendant l'acquisition, des images SEM en utilisant une interface de programmation qui permet l'écriture de scripts de contrôle du microscope (API sur FIB ZEISS NVision 40), évitant ainsi la perte de la zone d'intérêt. Il s'agit d'une première étape vers l'écriture d'une nouvelle procédure d'acquisition 3D, permettant à terme des recalages en imagerie électronique mais également en imagerie ionique.

**GN-MEBA 1 - 2 décembre 2011 : Imagerie et analyses : de la 2D à la 3D.
Le MEB-FIB: principe et applications**

12h50 - 14h30 Déjeuner libre

14h30 - 15h00 Applications MEB-FIB en minéralogie et biologie.

Imène ESTEVE (IMPMC Univ. Pierre et Marie Curie Paris)

15h00 - 15h30 Apport du MEB-FIB à l'étude des matériaux du nucléaire.

Laurent LEGRAS, EDF Renardières, Moret sur Loing)

15h30 - 16h00 Préparation de pointes pour la sonde atomique tomographique par FIB.

Emmanuel CADEL, Fabien Cuvilly (Univ. Rouen)

Groupe de Physique des Matériaux (GPM) - UMR CNRS 6634

UFR Sciences et Techniques - Avenue de l'Université - B.P. 12

76801 SAINT ETIENNE DU ROUVRAY CEDEX FRANCE

Le développement, au GPM, d'une sonde atomique tomographique assistée par impulsions laser (LaWATAP) permet l'ouverture de cette technique de nano-analyse à l'échelle atomique vers des nouveaux domaines d'applications notamment dans le domaine des matériaux semi-conducteurs. Dans ce contexte, l'utilisation d'un microscope électronique à balayage équipé d'une colonne d'ions focalisés (MEB FIB) permet la préparation des échantillons de sonde atomique pour l'analyse de ces matériaux.

Ces échantillons particuliers sont des pointes très fines dont le rayon de courbure à l'apex est inférieur à cinquante nanomètres. Le MEB-FIB nous permet de placer, par différentes étapes successives d'usinage, de soudure et de micromanipulation, les « objets souhaités » (précipité, joint de grains, transistors, informations de surface...) dans la seule région analysable par la sonde atomique tomographique : les cent premiers nanomètres de la pointe.

La zone d'intérêt est repérée préalablement sur un échantillon par MEB (contraste électrons secondaires). Sa surface est protégée à l'aide d'un dépôt de métal assisté d'abord par le faisceau électronique, puis assisté par le faisceau d'ions. Le dépôt protège, sans dégrader, l'information contenue dans le volume analysable en sonde atomique. Une procédure d'usinage automatique permet de dégager grossièrement (rough mill) et rapidement la zone à prélever (figure 1 – photo 1). L'utilisation couplée d'un micromanipulateur et d'un système d'injection de gaz (platine ou tungstène) permet le prélèvement de ce volume, sa fixation par soudure sur une pointe support généralement en tungstène (figure 1 – photo 2 et 3). L'usinage, en forme de pointe, du volume prélevé se fait par un amincissement annulaire par faisceau FIB (figure 1 – photo 4). Un soin très particulier est apporté aux dernières étapes de l'amincissement annulaire afin de minimiser les dégâts d'irradiation introduits par le faisceau FIB : l'accélération des ions Gallium est réduite à son minimum. Durant toutes ces étapes d'usinage FIB, le faisceau d'électrons est utilisé simultanément pour visualiser en direct la zone d'intérêt (extrémité de la pointe) afin de s'assurer que celle-ci est préservée.

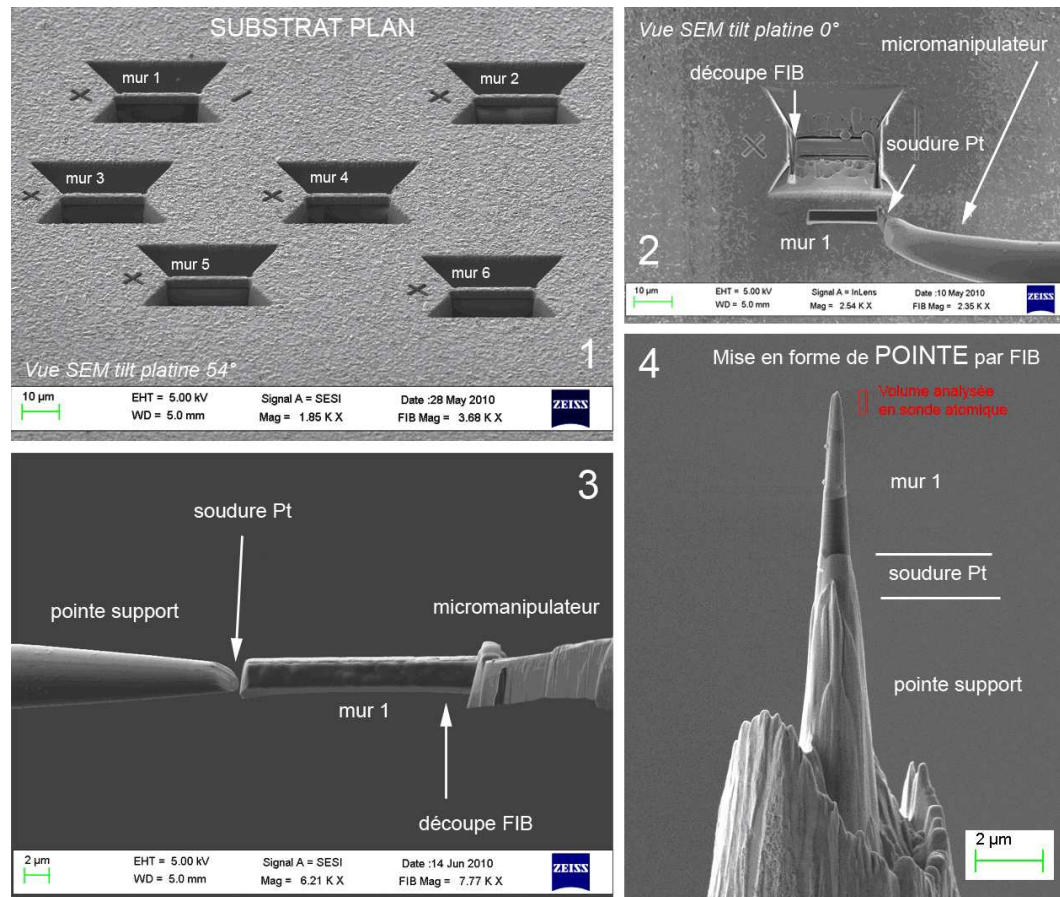


Figure 1 : différentes étapes nécessaires à la mise en forme d'un échantillon plan pour son analyse en sonde atomique tomographique :

- (1) Usinage automatique (logiciel) de plusieurs « murs enterrés » sur un substrat plan. L'information recherchée (multicouches nanométriques, composants, implants...) se situe sous la surface du substrat ; elle est protégée, avant toute opération d'usinage, par un dépôt métallique de Pt,
- (2) Prélèvement d'un unique mur à l'aide de la pointe d'un micromanipulateur,
- (3) Soudure sur une pointe support en tungstène,
- (4) Mise en forme de pointe de l'extrémité par usinage FIB.

Tous les aspects technologiques de la préparation seront évoqués et illustrés par des expériences de sonde atomique tomographique dans différents domaines d'applications.