



Journées pédagogiques 4-5 déc. 2014 – Jussieu, Paris

La basse énergie en MEB et microanalyse

Jeudi 4 décembre 2014

09h00 - 09h30 Accueil

09h30 - 10h30 **Pourquoi vouloir absolument travailler à basse tension? Intérêts et limitations.** (Jacky RUSTE - GN-MEBA)

Le développement dans les années 90 des nouveaux microscopes à balayage haute résolution et plus récemment de microanalyseurs à sonde électronique utilisant des canons de type Schottky permettent de travailler à de très basses tensions.

Un des intérêts de pouvoir utiliser des basses tensions est de diminuer la résolution spatiale en observation et en analyse.

Mais qu'est-ce réellement que la résolution spatiale ? ou plutôt « les résolutions spatiales » ?

La basse tension a aussi des conséquences au niveaux des émissions électroniques et X, un rapide tour d'horizon servira d'introduction aux exposés suivants.

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

14h00 - 14h15 Assemblée Générale

14h15 - 14h30 **Présentation du forum du site GN-MEBA** (Fabrice GASLAIN, Mines ParisTech, PSL - Research University, Centre des Matériaux, Evry 91)

14h30 - 15h00 **Qu'est-ce qu'une surface ?** (Evelyne DARQUE-CERETTI, Mines ParisTech, PSL - Research University, CEMEF, Sophia Antipolis 06)

Dans cette présentation, nous essayerons de répondre à cette question.

En effet la notion de surface est souvent utilisée car c'est un thème d'étude et de réflexion tout à fait actuel et important. Certaines propriétés fondamentales des matériaux (métalliques, oxydes, semi-conducteurs, polymères...) sont directement liées à leurs propriétés de surface.

En effet, un corps solide est le plus souvent en interaction physicochimique, thermique et/ou mécanique avec le milieu extérieur (phases gazeuse, liquides ou solides) par l'intermédiaire de sa frontière appelée surface ou interface. De ces interactions découlent divers problèmes ou procédés : on peut citer ainsi la pollution et la corrosion des matériaux ; l'adhésion et le frottement entre deux pièces, si problématiques pour le fonctionnement des microsystèmes ; l'assemblage par collage de pièces ; les traitements de surface par condensation en phase vapeur, réaction chimique ou implantation ionique ; le dépôt de couches épitaxiées ; la formation et la stabilité des

nanomatériaux ; la rupture des matériaux ou des interfaces entre deux matériaux...

La description d'une surface peut être faite en utilisant divers paramètres. L'utilisation de faisceaux électroniques de basse énergie permet d'atteindre certains de ces paramètres comme son image et son analyse.

15h00 - 15h30 Préparation des échantillons pour analyse à basse énergie. (Patrice LEHUEDE, C2RMF, Paris 75)

Quand on diminue l'énergie des électrons incidents pour faire des analyses à basse énergie, du fait que les signaux X reçus par le détecteur proviennent d'une profondeur beaucoup plus faible, des phénomènes qui étaient négligeables dans les conditions plus classiques d'analyse deviennent importants et doivent être pris en compte. En particulier :

- *La propreté de l'échantillon,*
- *La contamination de l'échantillon durant l'analyse,*
- *L'oxydation superficielle des métaux,*
- *Les rayures de polissage,*
- *L'influence de la couche de métallisation dans le cas des échantillons isolants.*

Nous indiquerons les précautions qu'il convient de prendre pour limiter ces phénomènes et éventuellement comment en tenir compte quand on ne peut pas les rendre négligeables.

15h30 - 16h00 Emission d'électrons secondaires et rétrodiffusés à très basse énergie d'incidence (5eV-1keV) (Mohamed BELHAJ, ONERA / DESP (Département Environnement Spatial), Toulouse 31)

L'émission électronique sous impact d'électrons de faible énergie (quelques eV à 1 keV) joue un rôle majeur dans plusieurs applications spatiales. Elle intervient dans l'équilibre électrostatique des satellites, affecte le rendement des propulseurs plasmiques, limite ou contrôle certains composants RF (guides d'ondes, tubes à ondes progressives, ...). Le développement de modèles d'émission électronique et le maintien de moyens de mesures spécifiques sont essentiels pour alimenter les applications en données.

Notre intérêt porte essentiellement sur la détermination du rendement d'émission, la différenciation du type d'électrons émis (secondaires, rétrodiffusés), l'effet de la variation de l'angle d'incidence, les distributions angulaire et énergétique des électrons émis.

Notre besoin "ingénieur" et nos intérêts scientifiques rejoignent clairement ceux de la communauté "microscopie électronique". Nous présenterons quelques résultats et développements récents dans le domaine de l'émission électronique. Nous décrirons les méthodes et les moyens utilisés pour les extraire. L'émission secondaire est extrêmement sensible à l'état de surface des matériaux (composition, rugosité). Nous illustrerons ce fait par une exploration des effets de la contamination (exposition à l'air) sur le rendement d'émission électronique.

16h00 – 16h30 Pause

16h30 - 17h00 Les émissions X caractéristiques de basse énergie. (Philippe JONNARD, UPMC, Paris 75)

Dans le cas des solides, les émissions caractéristiques de basse énergie sont essentiellement des bandes d'émission : elles proviennent de transitions électroniques entre la bande de valence et un niveau de cœur. Cela conduit à une grande sensibilité de la forme de l'émission à l'état

physico-chimique de l'atome émetteur. Ces bandes d'émission sont aussi sensibles aux effets d'absorption.

Nous ferons un rappel rapide sur la bande de valence des solides, les moyens d'obtenir les spectres d'émission dans le domaine d'énergies de photons inférieures à 500eV et passerons en revue différentes émissions des éléments légers (Li - O) et d'éléments plus lourds.

10h30 - 11h30 Imagerie et analyses chimiques à haute résolution spatiale, à basse tension d'accélération des électrons, avec un FE-SEM de pointe (Raynald GAUVIN, Univ. Mc Gill Montréal)

Cette présentation portera sur les résultats obtenus d'images et d'analyses chimiques à haute résolution spatiale avec un microscope à balayage à effet de champ de pointe, le Hitachi SU-8230 qui possède la nouvelle technologie auto-flash.

Des images de nanomatériaux avec des résolutions inférieures à 3 nm avec des énergies de 10 eV à 30 keV seront présentées. De plus, des images à haute résolution spatiale avec filtration en énergie seront présentées.

Ce microscope est équipé avec le détecteur FlatQuad de Bruker qui permet des acquisitions de 2 000 000 de coups/ s.

Des analyses chimiques à haute résolution spatiale seront présentées.

Présentation annulée :

De la physique des émissions électroniques aux contrastes des images en MEB (Jacques CAZAUX, Université de Reims, Reims 51)

1°) Introduction :

2°) Emission Electronique Secondaire :

- $\delta=f(E^\circ)$: Influence de E° et contraste de composition ;
- Distribution angulaire, $\partial\delta=\partial EK$, et contraste topographique (Influence des angles d'incidence et de détection) ;
- Le travail de sortie et son rôle pour les échantillons (effets de surface) et les détecteurs.

3°) Electrons Rétrodiffusés , η

- Influence de la tension d'accélération, E°
- Contraste en Z et inversion de contraste ; contraste cristallographique

4°) Microscopie à Très Basse Energie ($E^\circ < 5\text{eV}$)

- Principe ; Mise en oeuvre ; Applications.

5°) Conclusion

Partant d'un rappel des principes bien connus des interactions dans le MEB, chaque étape sera néanmoins prolongée et illustrée par des images récentes concernant des échantillons technologiquement importants. Par exemple il s'agira des mono et multicouches de graphène (ayant une visibilité différente en fonction de E° et de la composition de la matrice) et dont l'observation peut être étendue à celle de films (oxydes, dépôts) sur différents substrats. En vue de l'optimisation des différents contrastes des stratégies originales seront suggérées.

Vendredi 5 décembre 2014

Les solutions technologiques en microscopie électronique à balayage pour l'imagerie à basse tension.

09h00 – 09h30 1^{ère} partie : les canons et les colonnes. (Francine ROUSSEL, CMTC, INP Grenoble 38)

09h30 - 10h00 2^{ème} partie : les détecteurs. (Frédéric CHARLOT, CMTC, INP Grenoble 38)

A travers une description des différentes familles de canons à électrons et un rappel de fonctionnement des colonnes de MEB, nous discuterons tout d'abord de l'évolution à basse tension de paramètres clés liés à la résolution, tels que la brillance, les aberrations et la taille de sonde. Nous dresserons alors un bilan des progrès réalisés et des performances actuelles en imagerie à basse tension pour les MEB-W (entre 5kV et 1kV) et à très basse tension pour les MEB-FEG (inférieure à 1kV). Nous présenterons ensuite les développements technologiques mis en œuvre par les constructeurs pour disposer d'une faible taille de sonde, d'un courant optimum tout en limitant les aberrations.

Réaliser une image à basse tension nécessite des systèmes de détection adaptés permettant de collecter avec un bon rapport signal sur bruit les électrons réémis. La discrimination des signaux (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés) devient un enjeu à basse tension afin d'obtenir une information pertinente. Nous présenterons les différents systèmes de détection et leurs spécificités pour les différents MEB

10h00 - 10h30 Pause

10h30 – 11h15 Applications micro-électroniques de faisceau d'électrons à basse énergie et criticité de la contamination (Anne-Sophie ROBBES, Anna MEURA, Olivier DULAC, Michel OUTREQUIN, Robin LAINE, Mona MORET, Cameca, Gennevilliers 92)

La sonde électronique pour les micronanalyses dans le domaine du semiconducteur, appliquée à des domaines de métrologie pour le contrôle de la production de puces électroniques, imposent un certain nombre de contraintes sur les mesures et l'instrumentation. Certaines applications analysées par la microsonde Cameca dédiée à la basse énergie seront présentées ainsi que les demandes propres à la métrologie.

Une des contraintes la plus forte est la mesure répétitive au même emplacement car les signaux émis peuvent être impactés dans le temps. Une brève liste des phénomènes physiques liés à l'interaction électron-matière pouvant modifier l'intensité des signaux X a été répertoriée et évaluée. Des analyses par sonde atomique, SIMS, AFM pour identifier la nature / effet le plus impactant seront présentées.

La contamination carbone a été retenue et des hypothèses formulées sur l'impact du signal, principalement pour le Bore mais aussi pour des éléments plus lourd comme le Ge.

11h15 - 12h00 Cathodoluminescence dans le MEB: Apport de la basse tension (Brigitte SIEBER, UMET, Université de Lille Sciences et Technologies, Villeneuve d'Ascq 59)

La cathodoluminescence (CL) est l'émission de lumière par un matériau soumis à une excitation électronique. C'est une technique spectroscopique qui, installée sur un microscope électronique à balayage, permet de caractériser les propriétés optiques de matériaux semi-conducteurs et isolants.

Nous rappellerons tout d'abord les mécanismes à l'origine de la luminescence. Puis nous discuterons de l'augmentation de résolution liée à l'utilisation de la basse tension. Nous montrerons ensuite, par quelques exemples, que la dépendance du signal CL avec la tension d'accélération permet d'accéder à divers paramètres importants des hétérostructures semiconductrices.

Nous terminerons cet exposé en donnant un ou plusieurs exemples de phosphores luminescents à basse tension qui pourraient être utilisés pour la production d'écrans à émission de champ.

12h00 - 13h45 Déjeuner libre

13h45 - 14h15 Analyse des couches minces superficielles à basse tension. (Florence Robaut, CMTIC, INP Grenoble, St Martin d'Hères 38)

Dans les années 1990, la commercialisation de logiciels dédiés à l'analyse X quantitative d'échantillons stratifiés, a étendu le champ des applications à la caractérisation de couches minces de surface. En effet, la microanalyse X à basse tension offre une très bonne sensibilité à la ségrégation de surface et permet la détermination simultanée de l'épaisseur et de la composition de couches superficielles.

A travers plusieurs exemples, les possibilités et les limites de la microanalyse X appliquée aux couches minces de surface seront présentées.

14h15 – 14h45 Spectrométrie de rayons X à basse tension (Guillaume WILLE - BRGM, Orléans)

Le développement des canons à électrons à émission de champ offre des caractéristiques très intéressantes pour l'imagerie, notamment à basse tension.

Les différentes avancées technologiques permettent aujourd'hui d'obtenir des sources d'électrons stables, offrant de forts courants tout en conservant un diamètre de sonde acceptable. Ceci permet également d'envisager l'analyse élémentaire à basse tension comme moyen d'améliorer sensiblement la résolution spatiale analytique. Cependant, réaliser une analyse à basse tension nécessite de disposer d'un système de détection apte à collecter dans les meilleures conditions possibles les rayons X de basse énergie.

Cette présentation a pour but d'illustrer les performances à basse tension des systèmes EDS et WDS, ainsi que les évolutions récentes dans ce domaine.

14h45 - 15h30 Microanalyse X basse tension quelle précision peut-on en attendre ? (Jacky RUSTE, GN-MEBA)

En microanalyse l'utilisation de basses tensions permet essentiellement de pouvoir réduire fortement la résolution spatiale. Mais cela ne va pas sans poser un certain nombre de problèmes tant au niveau de la détection (EDS et WDS), que du traitement des spectres en EDS mais aussi du traitement quantitatif.

Nous verrons succinctement quels sont les principaux problèmes qui se posent lors de la quantification et, à partir des résultats des derniers tests de comparaison d'inter-laboratoires, quelle précision nous devons en attendre.

Fin des Journées pédagogiques