

TP de microscopie conventionnelle MEB

Andreas Engelhardt - Arnaud Deblonde - Pierre Lavenus

M2 Nanosciences parcours nanophysique

Groupe de TP 4

Introduction

Le microscope électronique à balayage (MEB) que nous avons manipulé en TP est un microscope de “nouvelle génération” dont la résolution a été améliorée en comparaison des “anciennes générations”. Avec un choix adapté des paramètres (que nous verrons ensuite), il est possible d’obtenir un faisceau électronique dont le diamètre est d’environ 1,5 nm au niveau de l’échantillon. On peut donc obtenir idéalement une résolution de l’ordre du nanomètre. Le grandissement maximal permis par le MEB est de 800k. Dans le paragraphe suivant, nous rappellerons très brièvement comment et grâce à quelles solutions techniques le MEB fonctionne.

La source d’électrons Les méthodes pour obtenir une source d’électrons sont basées sur l’émission thermo-ionique et l’émission par effet de champ. L’émission thermo-ionique utilise le fait que pour un système d’électrons la probabilité d’occupation des états énergétiquement situés au dessus du niveau de Fermi μ augmente avec la température: cette probabilité est en effet donnée par le facteur de Fermi-Dirac $f(E) = 1/(1+\exp((E-\mu)/kT))$.

Le fait de chauffer un filament (de Tungsten par exemple) peuple les états de haute énergie et notamment les états libres du continuum, dont l’énergie E est supérieur à $\mu + \phi$ ou ϕ est le travail de sortie du matériau considéré ($\phi = 4.5eV$ pour le tungsten par exemple). L’émission thermo-ionique permet d’obtenir des courants plus élevés que l’émission par effet de champ. Cela permet donc d’avoir un meilleur rapport signal/bruit. Cependant, l’inconvénient majeur lié à cette méthode est que le spectre d’énergie des électrons produits est large (par rapport à l’émission par effet de champ): il est donc difficile d’obtenir un spot très étroit spatialement (voir plus loin), ce qui est pourtant crucial en haute résolution. Le MEB du laboratoire utilise donc l’émission par effet de champ.

L’émission par effet de champ consiste à extraire les électrons en appliquant un fort champ électrique entre la source et une grille (séparés par du vide). De cette manière, on transforme la barrière de potentiel du vide initialement rectangulaire en une barrière approximativement triangulaire: les électrons dont l’énergie est inférieure à $\mu + \phi$ peuvent désormais traverser par effet tunnel cette barrière. On peut déterminer l’ordre de grandeur du champ électrique nécessaire pour que l’émission par effet de champ appa-

raisse: la longueur d'onde de Debye λ d'un électron au niveau de Fermi est de l'ordre du nanomètre. Le champ électrique F nécessaire pour que la largeur de la barrière de potentiel soit de l'ordre de 10λ à l'énergie de Fermi est donc, en prenant un travail de sortie de 5eV, $F = 5/(10 \cdot 10^{-9}) = 5 \cdot 10^8 \text{V} \cdot \text{m}^{-1}$. Le champ électrique nécessaire est donc très grand. En pratique, la source a une géométrie de pointe. Cela permet d'obtenir le même courant qu'en géométrie plane en appliquant une tension grille-source plus faible (c'est l'“effet de pointe”). On peut montrer que le courant d'émission par effet de champ suit la loi de Fowler-Nordheim $J = A \cdot \left(\frac{F}{\phi}\right) \cdot \exp(-B\phi^{3/2}/F)$, où A et B sont deux constantes positives. On remarque que J dépend exponentiellement du travail de sortie ϕ . Or ϕ est très sensible à l'état de surface de la pointe (présence de molécules adsorbées par exemple). Pour que la source soit stable, il est donc nécessaire de la placer dans un vide poussé. Une décharge flash est de plus effectuée quotidiennement pour enlever les molécules résiduelles adsorbées.

Par ailleurs, on peut noter que des sources combinant effet thermo-ionique et effet de champ sont parfois utilisées.

Accélération, focalisation et affinement du faisceau L'étape suivante consiste à accélérer et à focaliser le faisceau. Les électrons sont accélérés par un champ électrique jusqu'à une énergie typique de l'ordre du kilo-électronVolt ou de la dizaine de keV. Cette valeur est ajustée par l'opérateur en fonction de ce qu'il souhaite observer.

Le faisceau est focalisé à l'aide de lentilles electro-magnétiques. Cette étape détermine en grande partie la résolution du microscope: on cherche en effet à avoir un spot aussi petit que possible (la limite minimal étant la limite de diffraction des électrons). La distance focale des lentilles dépend de l'énergie des électrons. C'est pour cette raison que l'on cherche à avoir un faisceau monocinétique i.e. avec une largeur spectrale la plus petite possible. On comprends donc qu'en augmentant la tension d'accélération des électrons on diminue la largeur spectrale relative $\frac{\Delta\omega}{\omega_0}$, ce qui améliore la taille du spot et donc aussi la résolution. En revanche, si l'on augmente trop l'énergie des électrons, la “poire” dans laquelle les électrons incidents se propage après être rentré dans l'échantillon s'élargit, ce qui est néfaste pour la résolution: un compromis doit être trouvé.

Par ailleurs, comme en optique, il apparaît des aberrations lorsque le faisceau n'est pas exactement dans l'axe des lentilles. Afin d'améliorer la résolution, on peut donc supprimer les bords du faisceau (queue de la gaussienne) à l'aide d'un diaphragme et d'un condenseur (qui doivent aussi être centrés sur le faisceau). Cependant, il faut trouver un compromis entre intensité du faisceau et taille du spot: plus le spot est petit, meilleur est la résolution mais réduire le spot signifie aussi diminuer l'intensité et donc dégrader le rapport signal/bruit. Pour le microscope utilisé en TP, les paramètres du diaphragme et du condenseur ont été optimisé pour la haute résolution (paramètres valant 2 et 5 respectivement). En travaillant avec une tension d'accélération $V=15\text{kV}$ et un courant de $2\mu\text{A}$, le spot obtenu a un diamètre de 1,5nm. Pour $V=1\text{kV}$, le diamètre vaut 4nm.

Interaction avec l'échantillon Lorsque les électrons arrivent sur la surface de l'échantillon, de nombreux phénomènes complexes se produisent.

Lorsqu'un électron percute l'échantillon, il peut communiquer une partie de son énergie à des électrons situés proche du niveau de Fermi. Ce processus crée des électrons dit "secondaires". Un électron incident peut générer un grand nombre d'électrons secondaires. Ils sont peu énergétiques en comparaison de l'énergie des électrons incidents. Par conséquent, ils ne peuvent ressortir de l'échantillon que s'ils sont produits relativement proche de la surface (sinon ils sont réabsorbés). Les électrons secondaires donnent donc des informations sur la surface de l'échantillon et non sur ce qui se trouve en profondeur.

Les électrons incidents peuvent également être réfléchis élastiquement et après un certain nombre de réflexions, ces électrons ressortent parfois de l'échantillon. Ces électrons sont qualifiés de "rétro-diffusé" ou "back-scattered" en anglais. Ils ont une énergie comparable à celle des électrons incidents. Ils peuvent "sonder" l'échantillon plus en profondeur que les électrons secondaires. Par ailleurs, le processus de diffusion élastique dépend fortement du nombre atomique des atomes composant l'échantillon (diffusion d'autant plus efficace que Z est grand). L'imagerie à l'aide des électrons rétrodiffusés donnent donc des informations sur la nature chimique des atomes dans l'échantillon.

Notons également que les électrons incidents excitent aussi des électrons de coeur des atomes de l'échantillon. Lors du réarrangement électronique qui s'en suit, des rayons X sont produits. Ceux-ci peuvent être analysés spectralement afin d'avoir des informations sur l'énergie des transitions internes des atomes directement liés à leur nature chimique.

Détection des électrons Les détecteurs d'électrons utilisés dans le MEB sont constitués d'une plaque phosphorescente et d'un photomultiplicateur. Lorsqu'un électrons percute la plaque, cela crée un photon qui, en entrant dans le photomultiplicateur, génère par des réactions en chaîne un grand nombre d'électrons (de l'ordre d'un million pour un électron arrivant sur la plaque phosphorescente). Le signal électronique macroscopique est ensuite mesurable.

Deux détecteurs peuvent être utilisés. Le premier est situé "horizontalement" dans la chambre-échantillon. C'est la solution technique la plus simple. Ce détecteur est généralement appelé "détecteur du bas" ou "lower detector" (L). Pour recueillir le signal il faut dévier le signal vers le détecteur. Pour augmenter le signal, on a donc intérêt à augmenter la distance de travail (distance entre le bas de la colonne et l'échantillon). Cependant cela nuit à la résolution : une fois que le faisceau sort de la colonne, il n'est plus guidé par les lentilles électro-magnétiques et est sensible à toutes les petites perturbations. Il a donc tendance à s'élargir. C'est pour cette raison qu'un deuxième détecteur a été implanté dans le MEB: celui-ci est "virtuellement" situé dans la colonne et dénommé "upper detector" (U). Dans ce cas, on a alors intérêt à diminuer la distance de travail, ce qui bénéficie à la fois pour l'intensité du signal et la résolution.

1 Plaque de silicium micro-usine

Le premier chantillon analyse était un wafer de silicium cristallographiquement orienté (100) qui avait été micro structuré par dissolution chimique.

L'échantillon a été monté sur un porte échantillon puis placé dans la chambre d'observation du MEB à travers le SAS qui permet de maintenir le vide dans le microscope. Les premières observations ont été faites à une distance de travail de 8 mm avec une tension de d'accélération des électrons de 5 kV et un courant de $5\text{ }\mu\text{A}$.

Pour cette première expérience, seuls les électrons secondaires ont été utilisés A la différence de la plupart des microscopes en champ proche tel que l'AFM pour lesquels la vitesse de balayage est plutôt lente, le faisceau des lectrons dans le MEB peut balayer l'échantillon à une vitesse qui permet une observation en temps réel sur l'écran.

Le zoom sur un bord d'une microstructure de l'échantillon permet la mise au point du faisceau : le focus est ajusté afin de voir le bord considéré net sur l'écran.

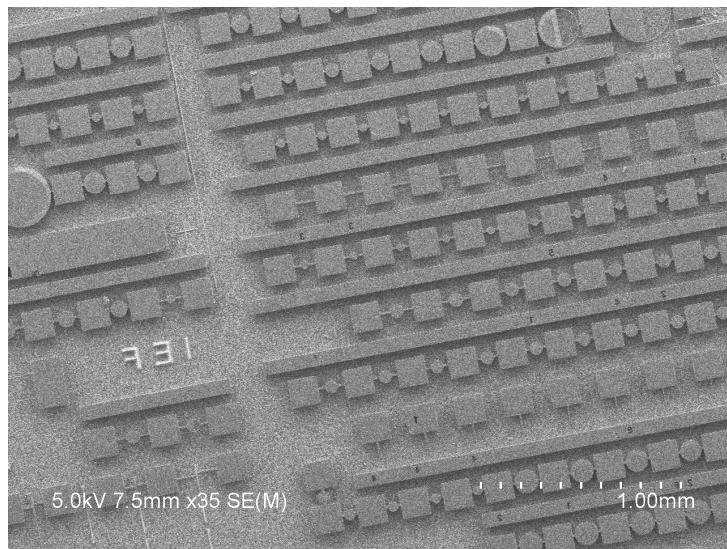


Figure 0.1: Vue globale d'une domaine micro usine dans un wafer de silicium (100)

La figure 0.1 montre une vue globale d'une région de la microstructure capturé avec le détecteur du haut situé «virtuellement»dans la colonne et le détecteur dans la chambre.

L'image a été prise en mode «slow» c.à.d. que l'image finale se compose des valeurs moyennes temporelles des taux de détection pour chaque pixel. Dans ce mode, le moyennage est réalisé ligne par ligne au contraire du mode «fast»qui effectue le moyennage image complète par image complète.

La structuration avec des formes géométriques comme des carrés et de cercles raccordés avec des poutres sont bien visible dans un vue à deux dimensions de plan. Un image

avec un agrandissement de 600 (figure 0.2) a été prise avec le détecteur de la chambre en zoomant sur un des micro objets contenant une forme de cercle entre deux carrés. Le cercle a un diamètre de $\sim 38\mu m$ et il serait alors toujours visible sous un microscope optique avec un grandissement suffisant. La surface du cercle, des poutres et des carrés apparaît plus homogène que la surface autour qui a l'air plus rugueuse. Le MEB ne permet pas d'obtenir des informations quantitatives sur les distances verticales c.a.d. des hauteurs, mais sachant que l'usinage avait été effectué par dissolution chimique, on peut en déduire que les surfaces plus rugueuses résultent de la gravure chimique. Il est par ailleurs frappant que les bords des micro-structures apparaissent plus brillants. Cela s'explique de la façon suivante: l'image est faite a partir des électrons secondaires d'énergie beaucoup plus faible que les électrons incidents.

Seuls les électrons secondaires créés au voisinage de la surface peuvent sortir du matériau et ensuite atteindre le détecteur sans être réabsorbés par le matériau. Ainsi, près d'un bord, d'un coin ou d'une arête, les électrons peuvent aussi sortir dans la direction latérale alors que si'il n'y avait pas eu de coin, les électrons sortis par la face latérale aurait du parcourir une distance plus grande dans l'échantillon avant de sortir. Une partie de ces électrons aurait alors été réabsorbée.

D'une manière générale, pour un volume équivalent, plus la surface de sortie est grande, plus la probabilité de sortie des électrons est élevée et plus le taux de détection est plus important par rapport à un endroit centré sur une surface plane.

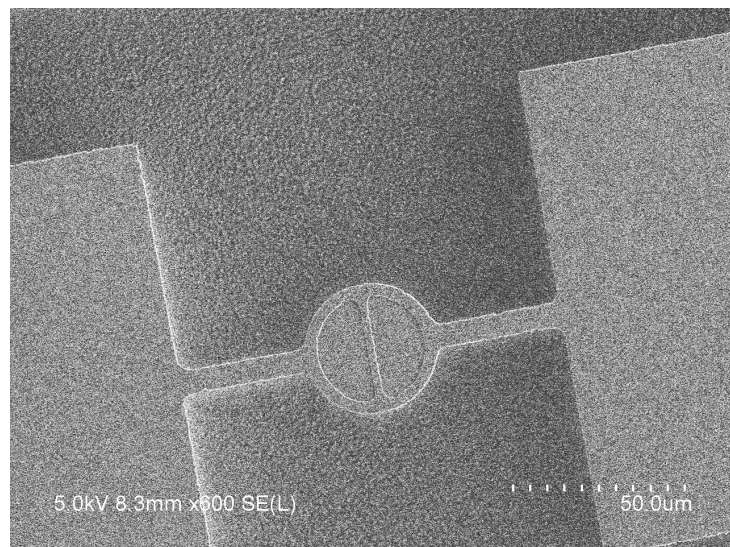


Figure 0.2: Agrandissement (~ 600) d'une micro poutre enregistré en détectant les électrons secondaires avec le détecteur dans la chambre d'échantillon

échantillon incliné L'échantillon a été incliné de $\sim 45^\circ$ après avoir augmenté la distance de travail à $\sim 13\text{ mm}$ pour éviter le contact du porte échantillon avec le bas de la colonne du microscope.

La figure 0.3 montre une image prise toujours à un agrandissement de 600 avec le détecteur

dans la chambre. On voit toujours les deux carrés avec le cercle au milieu dans la structure de surface mais désormais, on s'aperçoit aussi de la structure 3D des objets puisque l'échantillon est regardé sous un angle différent.

Le plan rugueux se trouve bien en dessous des objets géométriques qui repèrent la surface initiale : la dissolution chimique a fait ressortir une structure 3D constituée de la poutre suspendue reliant les carrés.

Les plans des carrés sont supportés par des structures 3D qui correspondent à des pyramides tronquées. Les bords du carré dépassent du socle pyramidal d' $\sim 20\mu m$.

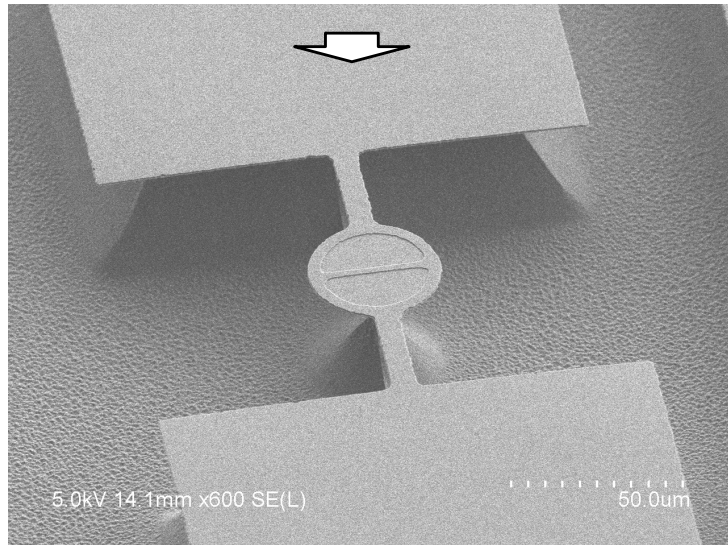


Figure 0.3: Agrandissement (600) d'une micro poutre sous un angle d'inclinaison de 45° . La flèche indique la direction de regard du détecteur.

Comme la surface initiale est perpendiculaire à la direction cristalline (100) les facettes de la pyramide tronquée sont orientés dans les directions [111] qui sont des directions privilégiées pour minimiser l'énergie de surface. En effet, pour les surfaces Si[111] sans reconstruction de surface, chaque atome de Si n'a qu'une seule liaison pendante, ce qui est énergétiquement favorable par rapport à une surface Si[100] où il y en a deux pour chaque atome de la surface.

Les facettes de la pyramide apparaissent avec un contraste différent. La facette en face de la poutre est plus sombre que celle à droite et aussi celle à gauche de la poutre. Ce phénomène est lié à la position du détecteur dans la chambre.

Une surfaces de l'échantillon en face de la position du détecteur apparaît plus éclairée car le chemin des électrons secondaires sortis des cette surface est plutôt directe alors que les électrons d'une surface masquée par un objet 3D atteignent plus difficilement le détecteur. Étant donné que la facette à droite semble plus éclairée, on en déduit que le détecteur se trouvait dans la direction du bord de l'image en haut indiquée par la flèche.

Comme règle grossière la position géométrique du détecteur correspond toujours à la direction apparente de l'éclairage parce une région apparat plus éclairé dans l'image plus des électrons atteignent le détecteur ce qui est plus probable pour un chemin direct.

Dans l'image 0.4 l'échantillon est tournée de 90° par rapport à l'échantillon dans l'image 0.3. Maintenant la facette en face de la poutre est éclairé. L'éclairage apparente vient toujours du haut de l'image ce qui est logique puisque seule l'orientation de l'échantillon a changée: la position du détecteur (flèche) n'a pas été modifiée .

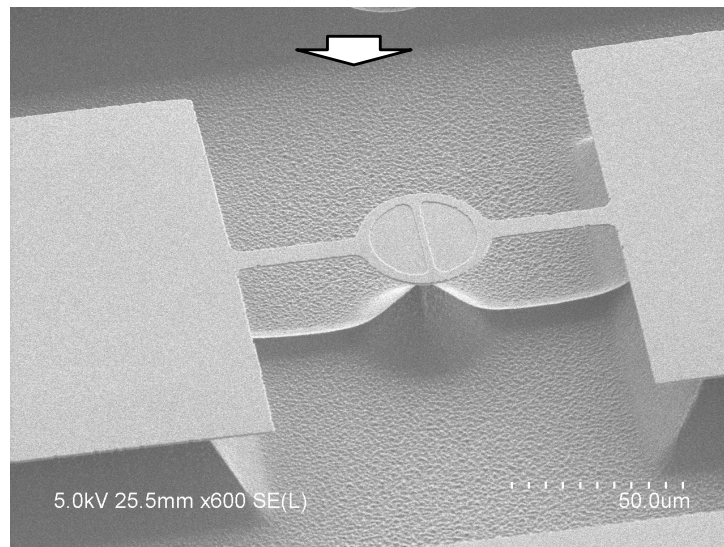


Figure 0.4: Agrandissement (600) d'une micro poutre sous un angle d'inclinaison de 45° . L'échantillon à été tourner de 90° par rapport a l'échantillon dans l'image 0.3. La flèche indique la direction de regard du détecteur.

Faisceaux à haute énergie Pour terminer l'étude de la plaque de silicium micro-usinée , l'échantillon est replacé perpendiculairement au faisceau incident à une distance de travail de 8 mm . La tension d'accélération est augmentée jusqu'à 30 kV .

L'image 0.5 est prise sous ces conditions en utilisant le détecteur du haut (dans la colonne). Encore une fois, la poutre avec le cercle et aussi les deux carrés se distinguent bien de la région dissous chimiquement. A la différence du cas présenté dans l'image 0.2, on voit un contraste différent au sein des carrés : le centre est sombre et les bords apparaissent plus éclairés. En se souvenant de la structure 3D des objets, il s'agit des zones qui dépassent de leur socle «pyramidal tronqué». De même la poutre suspendue apparait plus claire. Ces régions ont une épaisseur limitée. Les électrons dans le faisceau incident ont une très grande énergie par rapport à la première expérience et ils sont donc susceptibles de pénétrer plus profondément dans le matériaux. Dans les zones minces les électrons secondaires sortent non seulement de la surface supérieure mais aussi de la surface en face du substrat. Ainsi, le taux de détection est élevé dans ces régions. Dans les coins des carrés on aperçoit aussi des petits traits diagonales plus éclairés qui sont dus aux arêtes entre les facettes du tronc de pyramide. Ici aussi, la surface ou des électrons secondaires réussissent à sortir est élargie à cause de la géométrie de l'arête.

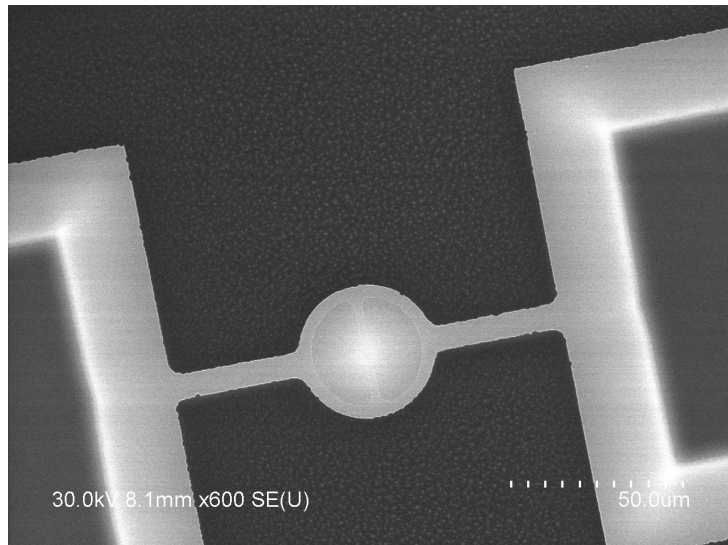


Figure 0.5: Agrandissement (~ 600) d'une micro poutre enregistré en détectant les électrons secondaires avec le détecteur en haut de la chambre d'échantillon. Les électrons incidents ont une énergie de 30 kV .

2 Particules d'or nanométriques sur silicium

Réglages L'échantillon analysé par la suite est un wafer de silicium sur laquelle on a fait croître des nanoparticules d'or.

On souhaite réaliser une image haute résolution de l'échantillon.

Pour cela, on augmente la tension accélératrice jusqu'à 15 kV . L'ordre de grandeur de la taille du spot sur l'échantillon passe ainsi d'environ 4 nm de diamètre à $1,5\text{ nm}$. Le réglage du courant permet de corriger le contraste en envoyant plus ou moins d'électrons sur l'échantillon, on le gardera à environ $4,3\text{ }\mu\text{ A}$.

La distance d'échantillon doit être rapprochée : les électrons, plus énergétiques que précédemment, pénètrent plus en profondeur et sont donc plus facilement réabsorbés par le matériau. En rapprochant l'échantillon du bas de la colonne, on augmente alors l'angle solide de collection des électrons au niveau du détecteur (donc le nombre d'électrons collectés) diminuant alors les perturbations, le bruit et augmentant la résolution.

Ayant changé la distance de l'échantillon, une correction de la mise au point peut être nécessaire pour refocaliser le faisceau (le faisceau ne focalise plus sur l'échantillon car celui-ci a été rapproché). La correction de la focale peut aussi nécessiter de changer le condenseur (nécessaire pour rapprocher les électrons éloignés de «l'axe optique» vers celui-ci pour être dans les conditions de Gauss), l'alignement et l'astigmatisme.

La mise au point se fait en général en trouvant un bord ou une imperfection à faible grandissement (cf image 0.6), puis en corrigeant le faisceau après avoir fait un fort grandissement sur un de ces bords ou imperfection (cf image 0.7).

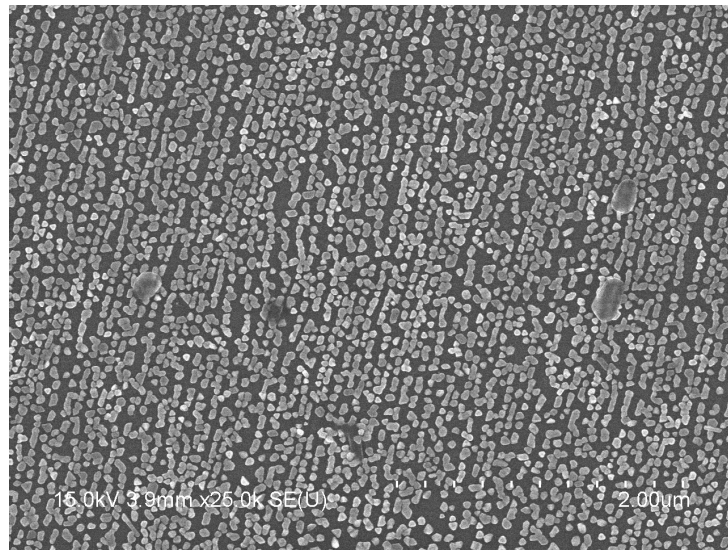


Figure 0.6: Agrandissement (~ 25000) de nanoparticules d'or sur un substrat de silicium

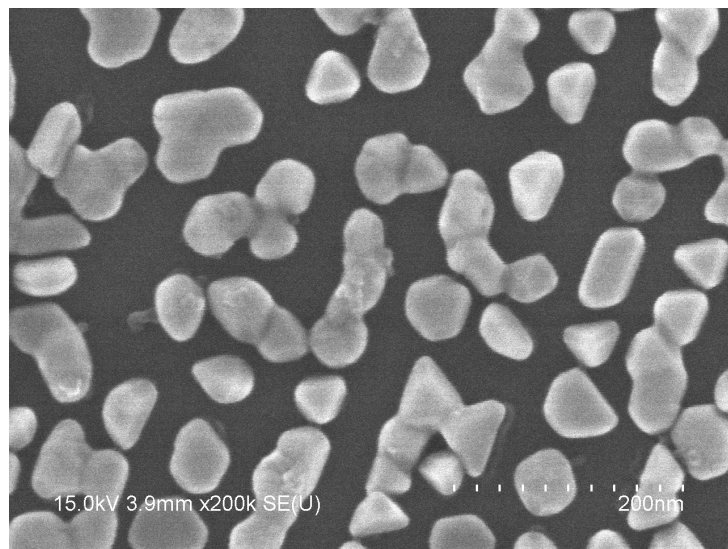


Figure 0.7: Agrandissement (~ 200000) de nanoparticules d'or sur un substrat de silicium

Taille moyenne des nanoparticules En moyennant la taille moyenne de 8 nanoparticules d'or 0.8, on trouve une taille moyenne d'environ 75 nm.

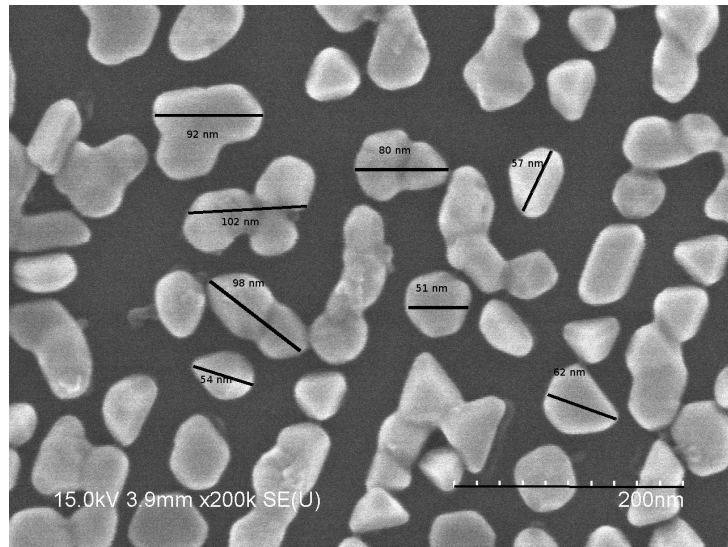


Figure 0.8: Agrandissement (~ 250000) de nanoparticules d'or sur un substrat de silicium

Il n'est bien sûr pas possible de connaître la hauteur des nanoparticules d'or pour les raisons évoquées précédemment (le MEB ne permet pas d'avoir des mesures quantitatives sur les distances verticales).

On pourrait dans certains cas évaluer une distance verticale, en mesurant une première longueur d'un objet, en tiltant l'échantillon, en mesurant une deuxième longueur, et, connaissant son angle de rotation, remonter à une hauteur, mais ce traitement ne serait pas très précis (objet et faisceaux devraient être parfaitement alignés...).

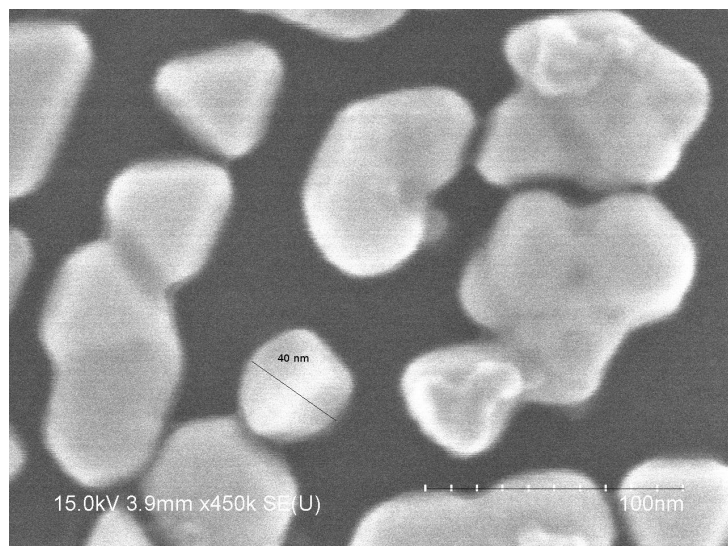


Figure 0.9: Agrandissement (~ 450000) de nanoparticules d'or sur un substrat de silicium

La taille latérale des plus petites particules est d'environ 35 à 40 nm 0.9. Soit bien plus que le taille du spot (1,5 nm), il ne s'agit donc pas d'une limitation du microscope.

Evaluation de la resolution Sur l'image suivante 0.10, on constate que la séparation entre deux nanoparticules d'or est d'environ 3 nanomètres. On peut en déduire que l'ordre de grandeur de la résolution spatiale du microscope (c'est-à-dire la résolution maximale permettant de distinguer séparément 2 nanoparticules) est de 3 nanomètres. Cette valeur reste néanmoins supérieure à celle espérée théoriquement de 1,5 nm pour 15 kV. Le réglage n'est peut-être pas optimal ou on aurait éventuellement pu rechercher des séparations plus petites encore.

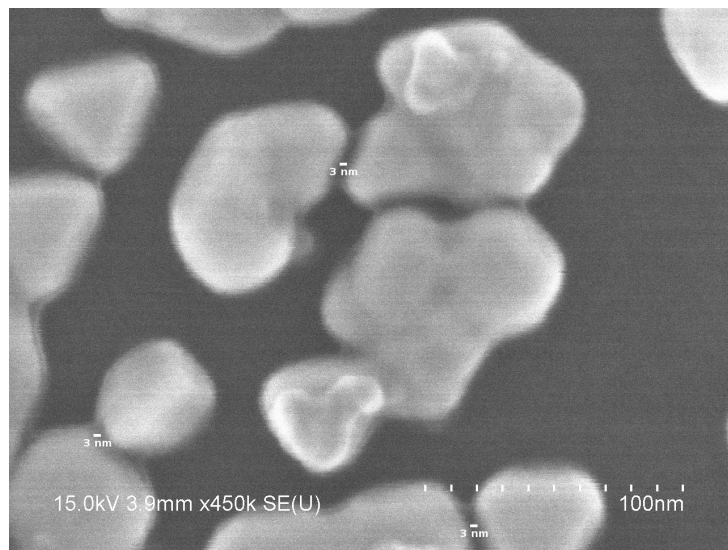


Figure 0.10: Agrandissement (~ 450000) de nanoparticules d'or sur un substrat de silicium

Contrastes des nanoparticules Comme il a été explicité précédemment, le contraste dépend du nombre d'électrons détectés, il peut ainsi révéler la topographie des nanoéléments. On peut constater que certaines nanoparticules, les plus grandes, sont plus claires sur leurs bords que sur leur centre. Cela peut s'expliquer par le fait que les nanoparticules se forment tout d'abord en s'agglomérant sous des formes coniques, pyramidales... avec une croissance de la hauteur. Puis la croissance en hauteur ralentit voire s'arrête au profit de la croissance horizontale. On obtient alors des particules de profils donnés par l'image 0.11

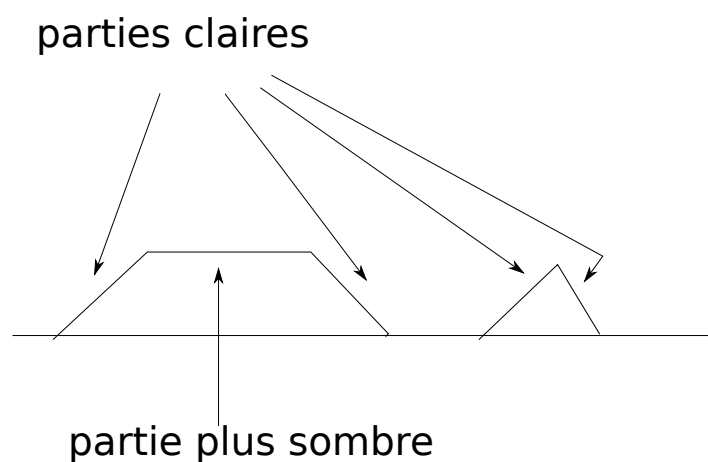


Figure 0.11: Allure des nanoparticules, les parties plus claires sont les bords, plus sombres sont les centres

Alignement des nanoparticules On peut enfin constater notamment sur les figures 0.6 et 0.7 que les nanoparticules s'alignent selon une direction privilégiée et croissent même pour former de grandes nanoparticules selon cette direction.

Cela s'explique par ce que le silicium croît préférentiellement dans la direction de surface [111] qui est énergétiquement favorable et forme ainsi des alignements d'atomes de silicium entre lesquels pourront croître les nanoparticules.

Particules d'argent sur graphite

Cette partie n'a pas été traitée expérimentalement.

3 Billes d'argent nanométriques enrobées par une coquille d'oxyde de silicium

Question 1 Les paramètres choisis pour l'imagerie sont les suivants:

tension d'accélération : 2kV (indiquée par l'énoncé)

courant en sortie de la pointe: $2\mu\text{A}$

Distance de travail: 4 mm

Détecteur utilisé: détecteur de la colonne en mode haute résolution (UHR)

Les autres paramètres (non modifiés au cours du TP) sont le paramètre du condenseur (5), l'ouverture du diaphragme (paramètre=2, équivalent à environ $50\mu\text{m}$) et la profondeur focale (paramètre =1).

Question 2 On ne voit pas le coeur d'argent des billes avec ce choix des paramètres. Les électrons incidents sont en effet relativement peu énergétiques. Ils pénètrent donc peu dans les billes et les électrons secondaires qu'ils produisent sont aussi peu énergétiques. Parmi les quelques électrons secondaires qui peuvent éventuellement être produits au niveau des billes d'argent, la grande majorité n'ont pas assez d'énergie pour ressortir du matériau. On ne peut donc pas voir les billes d'argent.

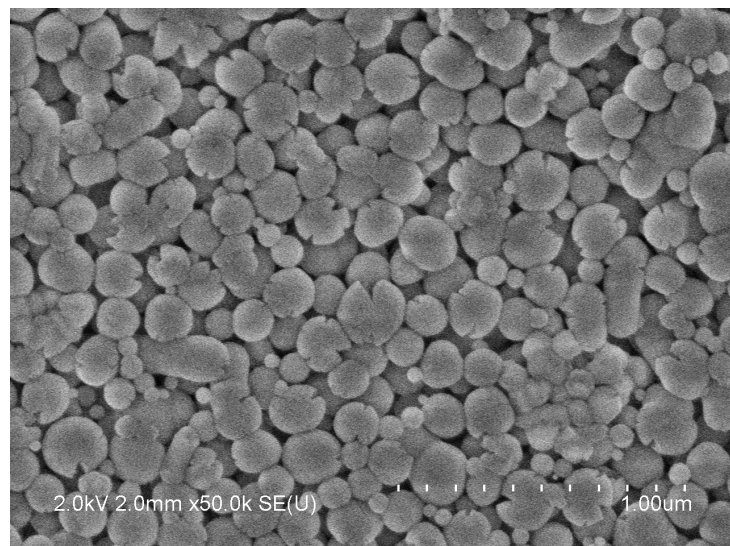


Figure 0.12: Image MEB de billes d'argent enrobée de silice observée en haute résolution. Tension d'accélération: 2.0kV Distance de travail: 2mm. Grandissement 50k. Détecteur: détecteur de la colonne, image uniquement avec les électrons secondaires.

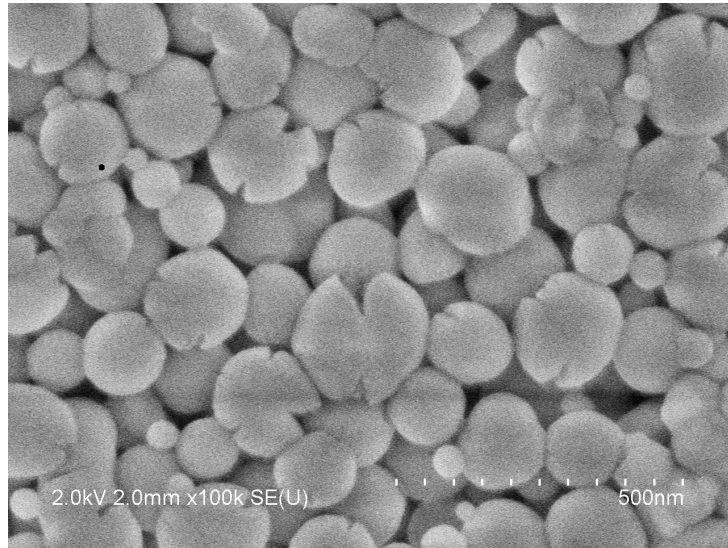


Figure 0.13: Image MEB de billes d'argent enrobée de silice observée en haute résolution. Tension d'accélération: 2.0kV Distance de travail: 2mm. Grandissement 100k. Détecteur: détecteur de la colonne, image uniquement avec les électrons secondaires. Mode d'acquisition: fast1. Les billes d'argents ne sont pas visibles dans ces conditions: on ne voit que les coquilles.]

En revanche, si l'on augmente l'énergie des électrons incidents, le faisceau incident pénètre plus en profondeur et plus d'électrons secondaires sont produits au niveau des billes d'argent. Ces électrons secondaires ont également une énergie suffisante pour ressortir de la matière. On peut ainsi distinguer le coeur d'argent. Voici par exemple des images en changeant la tension d'accélération à 5kV au lieu de 2kV:

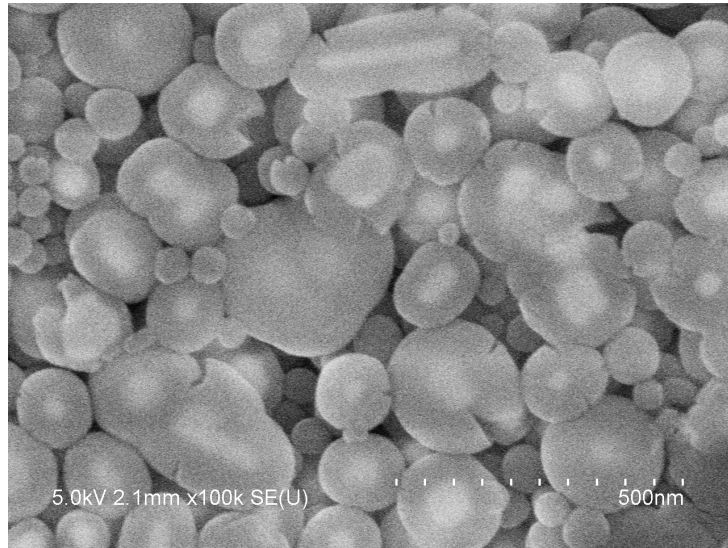


Figure 0.14: Image MEB de billes d'argent enrobée de silice observée en haute résolution. Tension d'accélération: 5.0kV Distance de travail: 2.1mm. Grandissement 100k. Détecteur: détecteur de la colonne, image uniquement avec les électrons secondaires. Mode d'acquisition: fast1. Les coeurs d'argent deviennent visible quand on augmente la tension d'accélération i.e. l'énergie des électrons incidents.

Question: pourquoi le nombre d'électrons secondaires produit par le faisceau n'est pas le même pour la silice et l'argent ? Est-ce du au caractère métallique/isolant de Ag/SiO₂ ou à la différence de numéro atomique (dans ce cas là on est dans le régime petit Zatomique?) ?

Remarque : on peut noter qu'en raison du caractère isolant de l'oxyde de silicium, d'importants effets de charge apparaissent, particulièrement lorsque l'on choisit des modes de visualisation pour lequel on balaye lentement la surface de l'échantillon: des charges s'accablent localement . Voici par exemple des images prises en mode SLOW:

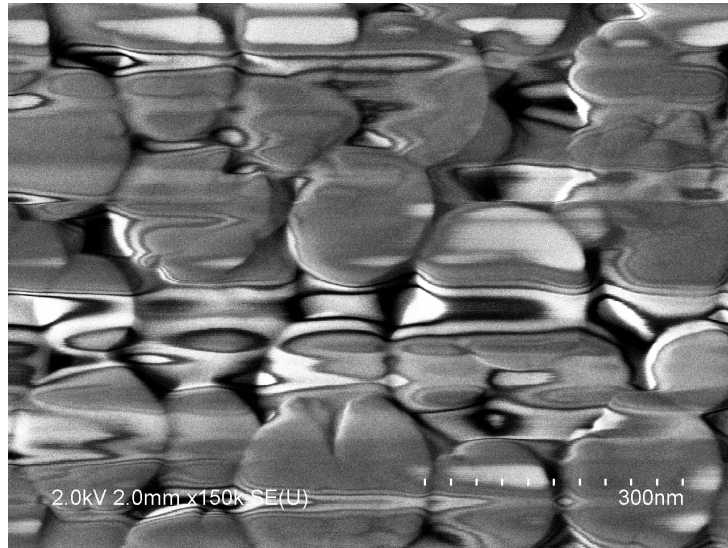


Figure 0.15: Image MEB de billes d'argent enrobée de silice observée en haute résolution. Tension d'accélération: 2.0kV Distance de travail: 2mm. Grandissement 150k. Détecteur: détecteur de la colonne, image uniquement avec les électrons secondaires, en mode de balayage lent slow3 (moyennage ligne par ligne). En mode slow, les effets de charges brouillent l'image. Ces effets sont importants en raison du caractère isolant de la silice

Question 3 Il est aussi possible d'augmenter le contraste entre le coeur et la coquille en utilisant les électrons rétrodiffusés au lieu des électrons secondaires. Cela peut s'expliquer par plusieurs raisons. La première est que les électrons rétrodiffusés sont fortement sensible au numéro atomique Z des atomes de l'échantillon. Le signal augmente avec Z . Etant donné que $Z_{Ag} > Z_{SiO_2}$, le signal issu des billes d'argent est plus intense. Deuxièmement, les électrons rétro-diffusé sont plus énergétique et proviennent donc plus des profondeurs de l'échantillon que les électrons secondaire majoritairement issus de la surface. Enfin, comme ils sont plus énergétiques, les électrons rétro-diffusés sont également moins sensibles au potentiel créé par les charges de surface. Les effets de charge sont donc moins présent qu'avec les électrons secondaires.

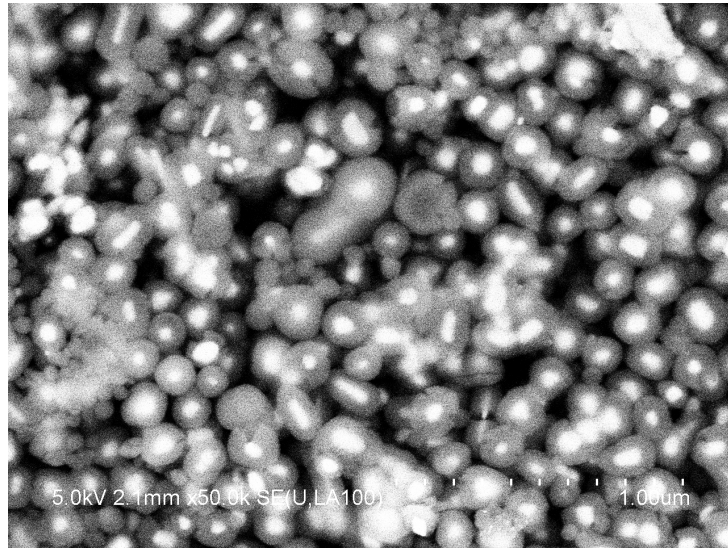


Figure 0.16: Image MEB de billes d'argent enrobée de silice observée en haute résolution. Tension d'accélération: 5.0kV Distance de travail: 2.1mm. Grandissement 50k. Détecteur: détecteur de la colonne, image uniquement avec les électrons rétrodiffusés. Mode d'acquisition: slow3. L'imagerie à l'aide des électrons rétrodiffusés permet de distinguer avec un meilleur contraste les coeurs en argent des coquilles en silice. Les électrons rétrodiffusés sont de plus moins sensibles aux effets de charges (image prises en mode "slow3".)

Question 4 A l'aide des deux images prises à fort grossissement (200k), nous avons estimé grossièrement avec 23 mesures les rayons des billes d'argents et des coquilles de silice. Pour les billes d'argents, on trouve un rayon moyen d'environ 29nm, un écart-type de 8 nm ce qui donne un écart relative de 0.26. Pour les coquilles, ces grandeurs valent respectivement 46nm, 12nm et 0.27. La taille absolue des billes est donc plus uniforme (mais la dispersion relative des tailles néanmoins similaire). Si l'on est capable de contrôler l'épaisseur de la coquille, cela contrôle directement l'espacement des billes d'argent sur la surface lorsqu'il y a suffisamment de bille pour "saturer" la surface (les billes se touchent). Cela permet donc d'étudier les couplages optiques entre les particules métalliques pour un espacement donné.

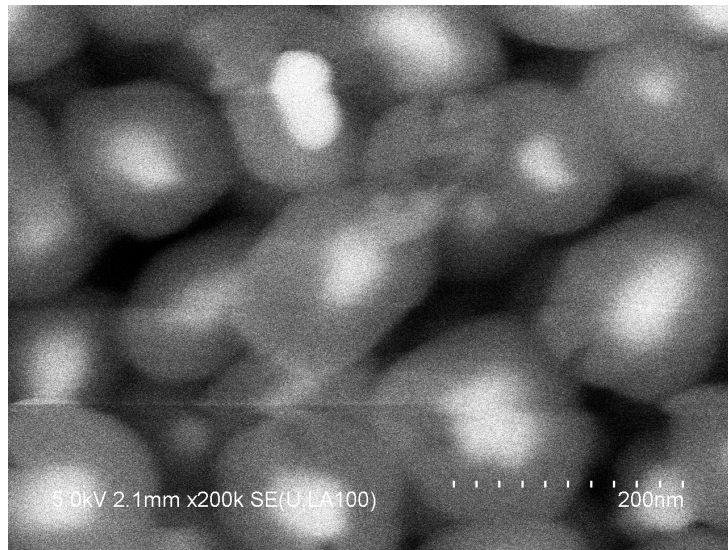


Figure 0.17: image à fort grossissement utilisée pour la statistique de la tailles de billes (coeur et coquille)

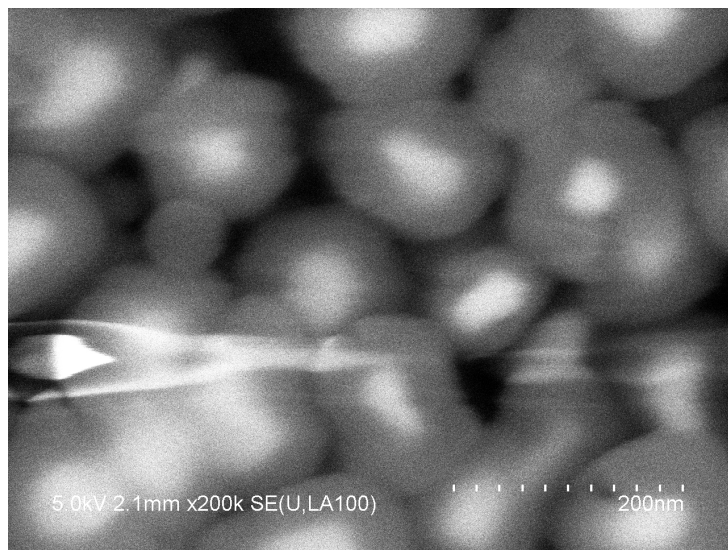


Figure 0.18: image à fort grossissement utilisée pour la statistique de la tailles de billes (coeur et coquille)