

Protocole d'utilisation du microscope électronique à balayage

LEICA Cambridge Ltd S360 SEM
Version V03.02A



SOMMAIRE

- 1- Mise en marche du MEB
- 2- Mise en place des échantillons
- 3- Réglage de la tension d'accélération des électrons
- 4- Réglage de l'intensité de chauffage du filament
- 5- Centrage du faisceau dans la colonne
- 6- Alignement du diaphragme
- 7- Réglage de l'astigmatisme
- 8- Acquisition d'images en contraste topographique : électrons secondaires
- 9- Acquisition d'images en contraste chimique : électrons rétrodiffusés
- 10- Acquisition d'images sur le logiciel ORION
- 11- Mise hors tension du MEB

Photo générale de la console de pilotage du MEB



1 – Mise en marche du MEB

- Alimenter électriquement l'ensemble du MEB en appuyant sur le bouton POWER ON
- Introduire la carte 3"1/2 dans le lecteur
- Démarrer l'électronique du MEB en appuyant sur le bouton OPERATE, le voyant de fonctionnement doit s'allumer



2 – Mise en place des échantillons lorsque l'enceinte est déjà sous vide

- Régler la hauteur de la platine au minimum
- Vérifier que le détecteur se trouve en « park position » c'est-à-dire que la molette est tournée au maximum vers la gauche
- Remettre l'enceinte à pression atmosphérique en appuyant sur le bouton CHAMBER : le voyant vers doit s'éteindre
- Remettre l'enceinte et les pompes à l'air en déverrouillant la porte et en la laissant s'ouvrir d'elle-même
- Placer les échantillons sur la platine porte-échantillons
- Fermer et verrouiller la porte
- Relancer le pompage dans l'enceinte en appuyant sur le bouton CHAMBER : le vide de travail de $1,5 \cdot 10^{-4}$ torr est atteint lorsque le voyant vert s'allume.



3- Réglage de la tension d'accélération des électrons

- Ajustement de la tension d'accélération entre 3 et 20 kV en pressant le bouton ADJ de la commande EHT et en réglant la tensions a l'aide du digi knob rouge



[La tension par défaut est de 20 kV mais on peut la diminuer pour réduire l'effet de charge sur un échantillon mal métallisé par exemple. Attention, lors d'une forte diminution de la tension d'accélération (de 20 à 5 kV) le filament va sursaturer et peut se détruire s'il n'est pas en bon état.]



- Pour travailler à une tension inférieure à 3 kV, placer une cale (anode spacer) sous l'anode et appuyer sur F6 pour vous rendre dans le menu, sélectionner à l'aide de la trakerball RUN UP puis ANODE SPACER et passer de HIGH kV à LOW kV grâce au bouton SELECT

[Ne pas dépasser 3kV lorsque l'anode spacer est en place pour ne pas provoquer de claquages.]

4- Réglage de l'intensité de chauffage du filament

- Lancer le chauffage automatique du filament : appuyer sur le bouton menu CONFIGURE puis, sur l'écran du PC, sélectionner à l'aide de la trackball RUN UP > AUTO RUN UP > SELECT.
- Pour afficher les paramètres de courant et observer la rampe de chauffage du filament, appuyer sur le bouton menu STATUS



OU

- Lancer le chauffage manuel : appuyer sur le bouton filament ON/OFF puis sur CURRENT ADJ et appliquer une rampe de montée en intensité lente jusqu'à 2.5 A à l'aide du digi knob rouge.



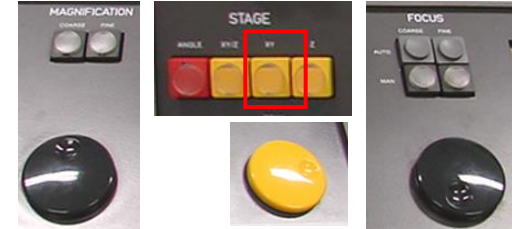
- Vérifier le point de saturation du filament lorsque le chauffage est terminé :

- ☐ Appuyer sur EMISSION IMAGE et AUTO CONTRASTE si les voyants de fonctionnement sont allumés



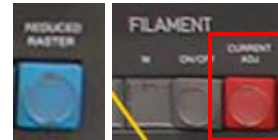
- ☐ Se placer sur un échantillon et acquérir une image correcte :

- Régler le grandissement à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir
- Se déplacer sur l'échantillon en appuyant sur STAGE XY et en se déplaçant avec le digi knob jaune
- Faire la mise au point à l'aide du digi knob FOCUS noir



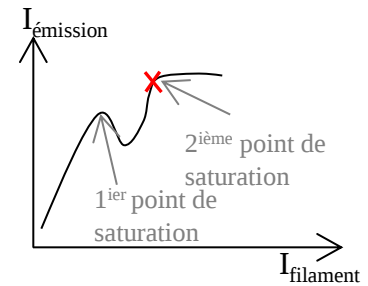
- Faire varier le courant de chauffage du filament en appuyant sur les boutons REDUCED RASTER et CURRENT ADJ et en jouant avec le digi knob rouge

[On remarque à l'écran que l'intensité lumineuse de l'image est directement liée au courant d'émission du filament]



- Grâce au lien direct entre l'intensité lumineuse de l'image et le courant d'émission du filament, déterminer le deuxième point de saturation du filament et relever le courant

- Réglez l'intensité environ 100mA en dessous de la saturation à l'aide du digi knob rouge. Pour un filament neuf, l'intensité sera d'environ 2,75 mA.

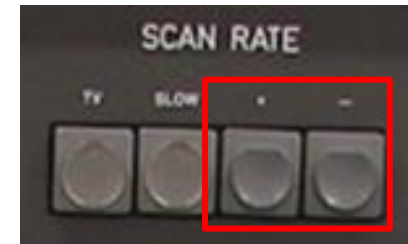


5- Centrage du faisceau dans la colonne

- Appuyer sur EMISSION IMAGE et sur GRATICULE



- Pour réaliser un meilleur centrage du faisceau, régler la vitesse de balayage à TV/32 ou TV/64 en utilisant les boutons scan rate + et -



- Centrer le faisceau en appuyant sur le bouton OPTI BEAM DEPTH dans Electron Beam Control et sur SHIFT dans Gun Align. Déplacer ensuite le faisceau au centre du graticule à l'aide de la trackball



- Centrer à nouveau le faisceau en appuyant sur le bouton OPTI BEAM RESOLUTION dans Electron Beam Control et sur TILT dans Gun Align. Déplacer ensuite le faisceau au centre du graticule à l'aide de la trackball

[On peut augmenter le courant I_{probe} jusqu'à 1 nA pour mieux visualiser le faisceau mais il faut pas oublier de revenir à $I_{\text{probe}} = 200 \text{ pA}$ à la fin.]

- Revenir à l'image de l'échantillon en désélectionnant le bouton EMISSION IMAGE

[Si le faisceau à été perdu, il y a possibilité de recentrer le faisceau en appuyant sur le bouton gun align SHIFT et en utilisant la trackball pour ramener Gun Shift X et Y à 0.]

- Régler la mise au point à l'aide du digi knob FOCUS noir

6- Alignement du diaphragme

- Obtenir une image réduite d'un échantillon en pressant le bouton REDUCED RASTER
- Régler un grandissement $MAG = 5000$ à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir
- Fixer une vitesse de balayage $SCAN RATE = TV$ en utilisant les boutons scan rate + et -
- Régler la mise au point à l'aide du digi knob FOCUS noir : si l'image se déplace en X et/ou Y, il faut régler l'alignement du diaphragme par rapport au faisceau d'électrons
- Obtenir une image fixe autour de son point de focalisation en sélectionnant FOCUS MODULATION ON et en réglant la translation du diaphragme en X et en Y à l'aide des vis micrométriques situées sur la colonne du MEB
[Ne pas oublier de désélectionner le bouton FOCUS MODULATION ON après avoir effectué le réglage.]



- Modifier, si besoin, la profondeur de champ de l'image en changeant de diaphragme : appuyer sur le bouton menu CONFIGURE, sélectionner APERTURE DATA à l'aide de la trackball et visualiser les coordonnées X et Y des différents diaphragmes proposés.

[Pour une grande profondeur de champ, on choisira un diaphragme de petit diamètre. Par défaut nous travaillons avec un diaphragme de 20 μm .]



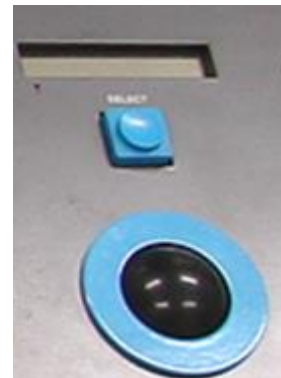
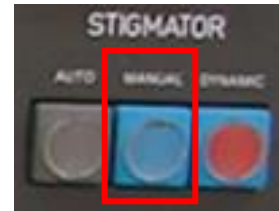
		Diamètre ouverture	POSITION	
			X	Y
Diaphragme	1	10 μm	5,830	24,070
	2	20 μm	5,770	16,240
	3	20 μm	5,880	8,3000
	4	30 μm	5,920	1,3200

- Après avoir modifier le diaphragme, aller sur CURRENT APERTURE sur l'écran et préciser le diaphragme avec lequel vous allez travailler.
[Si le voyant CHECK APERTURE s'allume vérifier le diaphragme qui n'est probablement pas adapté aux conditions d'analyse.]



7- Réglage de l'astigmatisme

- Obtenir une image réduite d'un échantillon en pressant le bouton REDUCED RASTER et faire la mise au point
- Choisir un détail de l'échantillon de symétrie sphérique
- Appuyer sur le bouton stigmator MANUAL
- Afficher STIGMATOR X sur l'écran au dessus de la trackball à l'aide du bouton SELECT. Régler la netteté en X en tournant la trackball horizontalement : l'image de la sphère ne doit pas être elliptique selon l'axe horizontal et ses contours doivent être nets
- Afficher STIGMATOR Y sur l'écran au dessus de la trackball à l'aide du bouton SELECT. Régler la netteté en Y en tournant la trackball verticalement : l'image de la sphère ne doit pas être elliptique selon l'axe vertical et ses contours doivent être nets
- Régler ainsi l'astigmatisme selon X et Y en refaisant la mise au point régulièrement jusqu'à ce que l'image ne se déforme plus.



- Chercher le maximum de netteté au centre de l'image en appuyant sur le bouton NORMAL puis sur bouton stigmator DYNAMIC et utiliser la trackball pour placer la zone netteté au centre de l'image



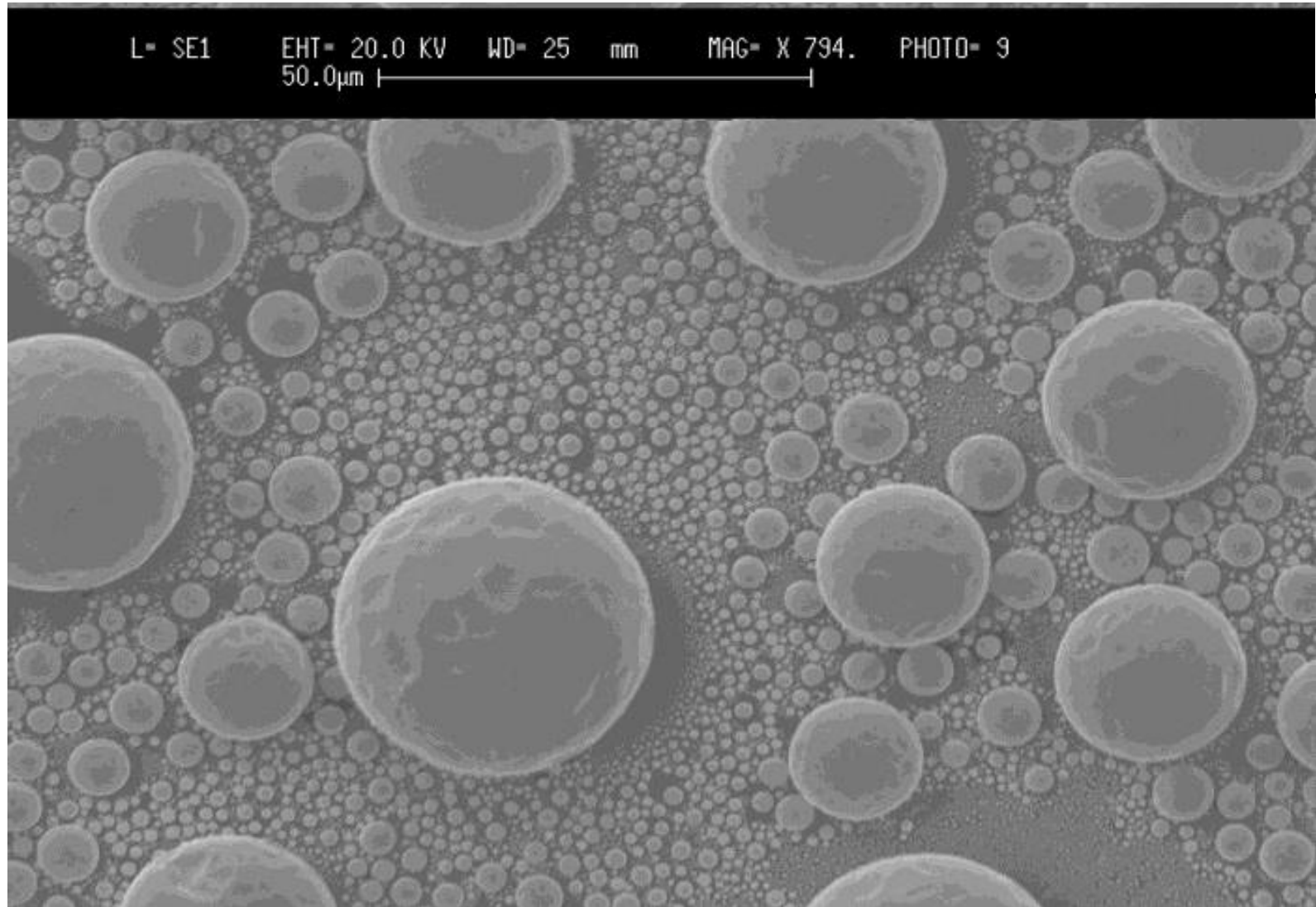
- Revenir en mode normal appuyant sur le bouton NORMAL

8- Acquisition d'images en contraste topographique : électrons secondaires

- Choisir le détecteur d'électrons secondaires en appuyant sur le bouton display L
- Sélectionner l'échantillon à observer à l'aide de la molette permettant la rotation de la platine porte-échantillons et du joystick et en utilisant l'image de l'intérieur de la chambre obtenue grâce à une caméra infrarouge sur l'écran de gauche
- Zoomer à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir
- Faire la mise au point à l'aide du digi knob FOCUS noir
- Régler la luminosité et le contraste en appuyant sur le bouton BRIGHT MANUAL ou CONTRAST MANUAL et en utilisant le digi knob jaune
- Adapter la taille de la sonde au grandissement : diminuer l'intensité de la sonde pour visualiser des éléments de l'ordre du nanomètre en appuyant sur le bouton probe MANUAL et en ajustant à l'aide du digi knob rouge



Exemple d'image en contraste topographique : électrons secondaires



9- Acquisition d'images en contraste chimique : électrons rétrodiffusés

- Sélectionner l'échantillon à observer à l'aide de la molette permettant la rotation de la platine porte-échantillons et du joystick et en utilisant l'image de l'intérieur de la chambre obtenue grâce à une caméra infrarouge sur l'écran de gauche



- Se placer à une distance de travail supérieure (WD à l'écran) à 10 mm en dé-zoomant à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir



- Mettre le détecteur d'électrons rétrodiffusés en « beam position » en tournant la molette au maximum vers la droite

[Visualiser la mise en place du détecteur grâce à l'image obtenue par la caméra infrarouge puis éteindre la caméra pour éviter les interférences.]



- Passer en mode électrons rétrodiffusés (4QBSD) en appuyant sur le bouton display R



- Zoomer à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir



- Faire la mise au point à l'aide du digi knob FOCUS noir

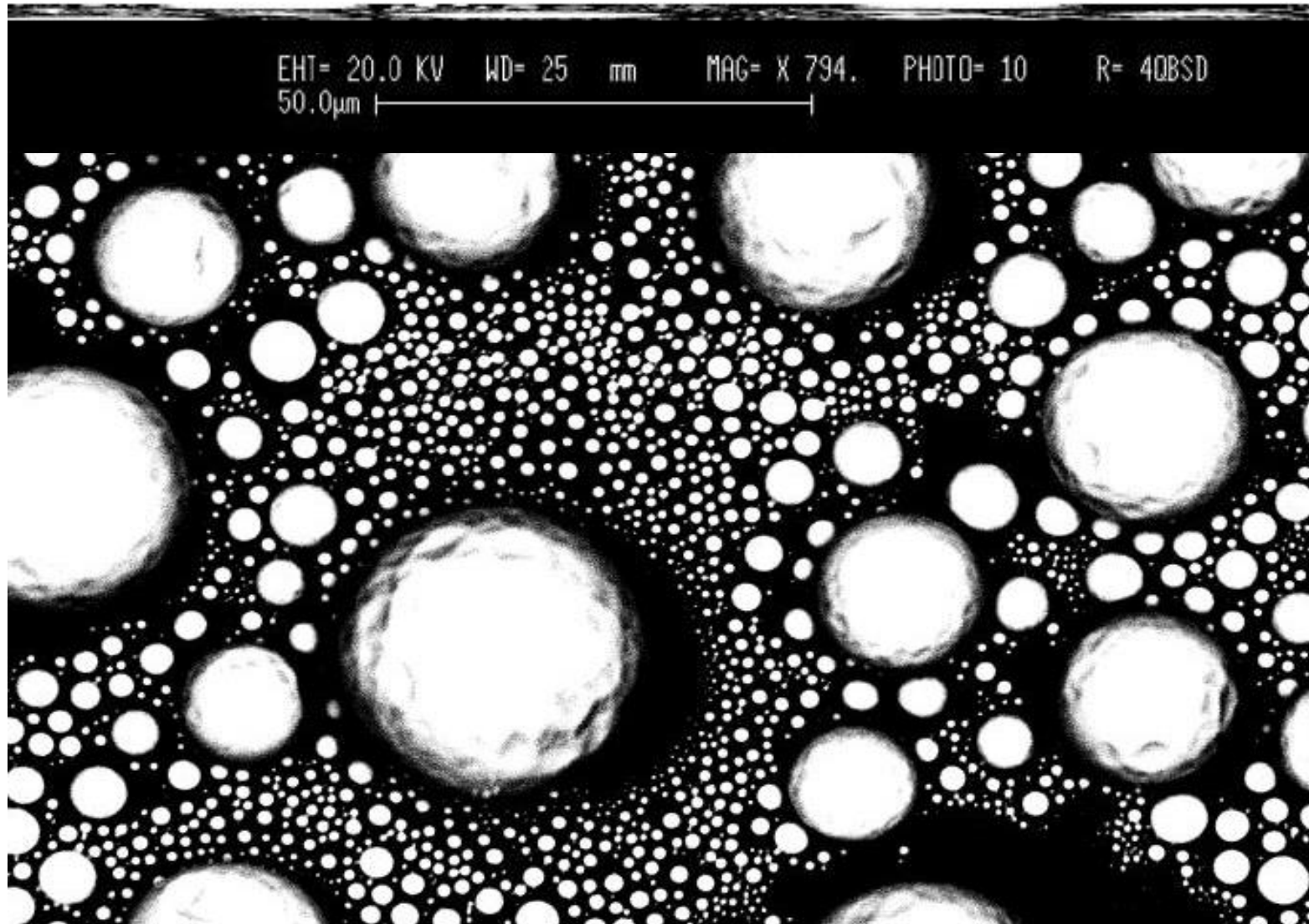


- Régler la luminosité à 50 % à l'aide du bouton BRIGHT MANUAL et du digi knob jaune



- Ajuste le contraste à l'aide du bouton CONTRAST MANUAL et du digi knob jaune

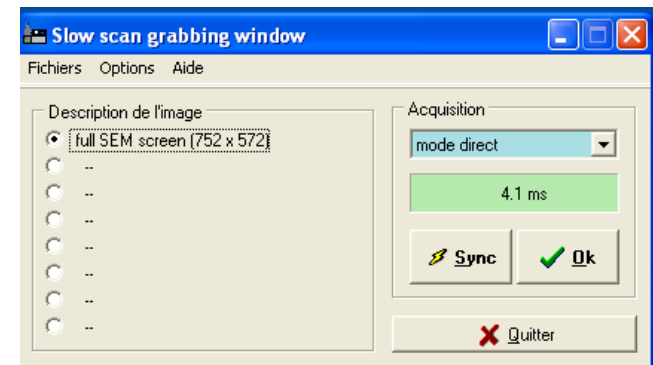
Exemple d'image en contraste chimique : électrons rétrodiffusés



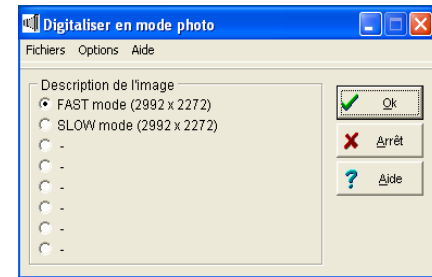
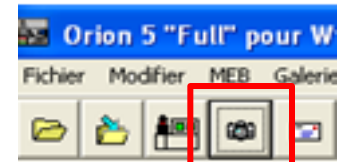
10 – Acquisition d'images sur le logiciel ORION



- Sur le PC de droite, lancer le logiciel Orion 5.20
- Sur le MEB, visualiser l'image à acquérir
- Choisir une Scan rate de TV/64
- Sur le PC, choisir la troisième icône de la barre d'outils puis sélectionner une acquisition en mode direct à l'aide du menu déroulant puis appuyer sur SYNC puis valider par OK : une image en direct de l'échantillon apparaît à l'écran



- Régler manuellement le contraste et la luminosité sur le MEB de manière à ce qu'on ne voit ni rouge (saturation de noir) ni bleu (saturation de blanc)
- Appuyer sur F3 pour figer l'image et quitter le mode direct
- Enlever le graticule et les informations « status » en appuyant sur les boutons GRATICULE et STATUS
- Pour passer en mode photo, sélectionner la quatrième icône de la barre d'outils puis choisir le mode FAST pour une qualité d'image moindre ou le mode SLOW pour une meilleure qualité puis appuyer sur OK
- Choisir le balayage souhaité, de préférence inférieur à TV/64
- Appuyer alors sur le bouton FAST ou SLOW sur la console de pilotage du MEB
- Après avoir acquis l'image, sélectionner fichier, puis enregistrer sous pour sauvegarder l'image



1 1- Mise hors tension du MEB

- Augmenter le grandissement MAG à l'aide du digi knob MAGNIFICATION noir jusqu'à obtenir une petit balayage du faisceau sur l'échantillon
- Diminuer lentement l'intensité de chauffage du filament jusqu'à une valeur nulle en appuyant sur le bouton CURRENT ADJ et en jouant avec le digi knob rouge.
- Eteindre le filament en appuyant sur le bouton filament ON/OFF
- Eteindre l'électronique du MEB en appuyant sur le bouton OPERATE, le voyant de fonctionnement doit s'éteindre

