



# **Présentation du Microscope Zeiss Crossbeam 550L**

**Journées Renatech Litho/Gravure**

**23 au 26 Janvier 2023**

**David Troadec**

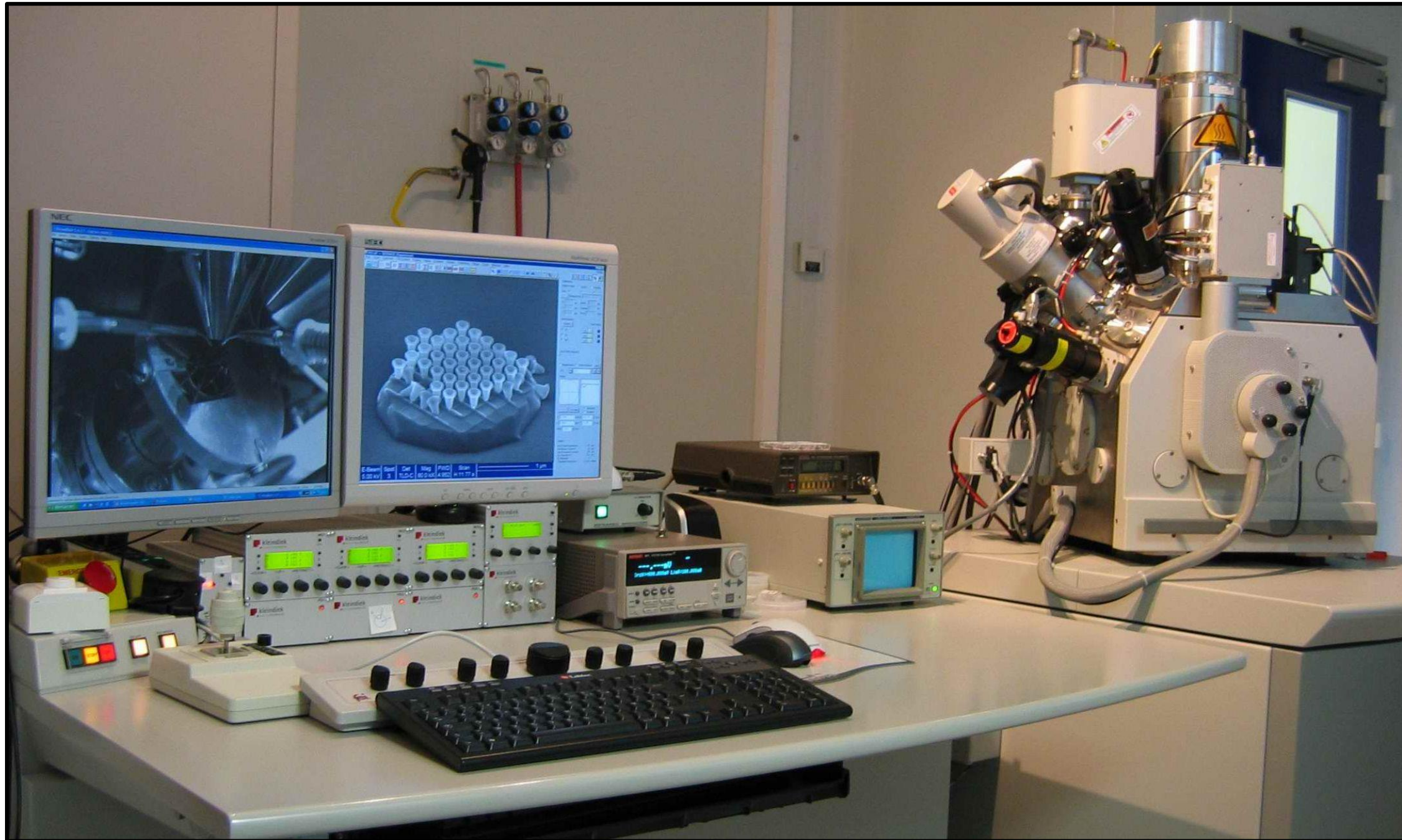
# Achat d'un nouveau microscope : motivations

---

- Microscope actuel : FEI Strada DB 235
  - En service depuis 2003 à l'IEMN
  - Disponibilité des pièces détachées non garantie depuis 2017
  - Performance en baisse : imagerie MEB
  - Limitations de cette première génération de microscope
- Développement apportés aux nouvelles générations
  - Amélioration des performances des colonnes ionique et électronique
  - Détecteurs
  - Logiciels : gestion des alignements, automatisation, thomographie, ...
  - Imagerie MEB en direct durant la gravure FIB
- Équipements supplémentaires :
  - Analyse chimique (EDX)
  - Analyse cristallographique (EBSD)
  - Gravure millimétrique : Laser femtoseconde
- Possibilité de travailler sur des échantillons de 150mm (50mm actuellement)

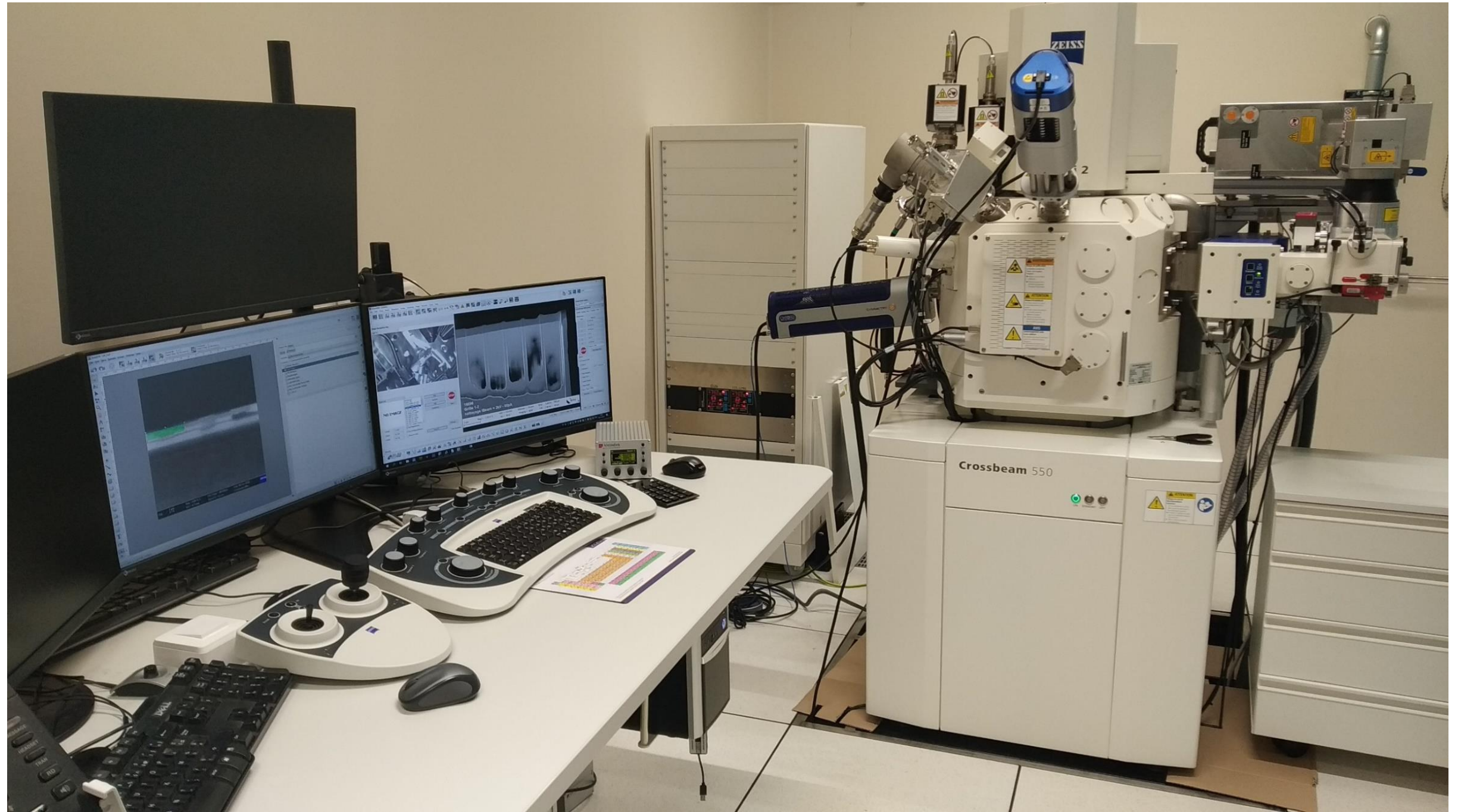


# Precedent microscope : FEI - STRATA DualBeam 235 (2003-2022)

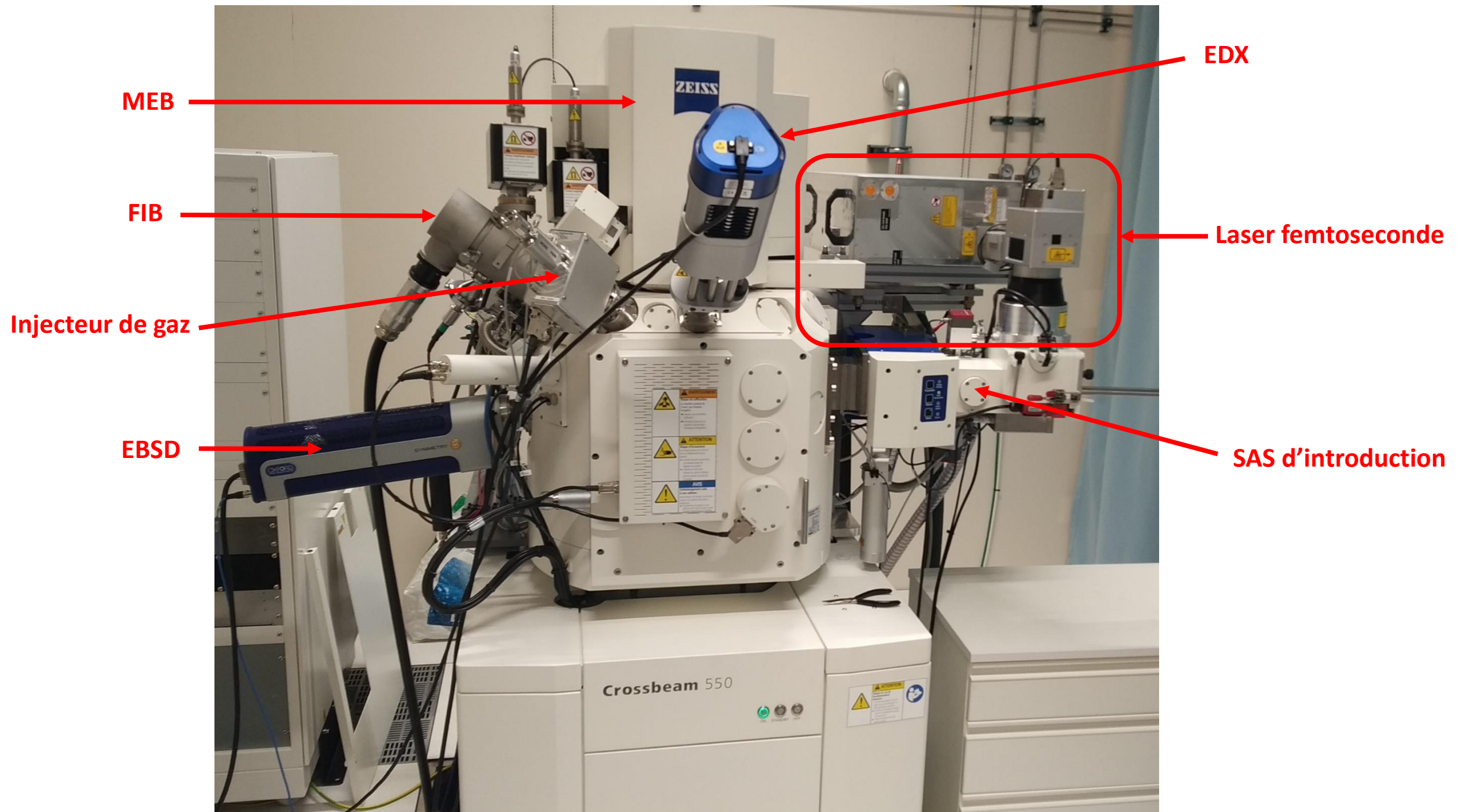




# Nouveau microscope : Zeiss - Crossbeam 550L



# Presentation du microscope





# Chambre sous vide et SAS d'introduction d'échantillon

- Grande chambre
  - Espace de travail analytique large capacité
  - Grand nombre de port pour optimiser la position des détecteurs et accessoires

- Platine Super eucentrique 6 axes. Amplitudes de déplacement :

|          | grande chambre | petite chambre |
|----------|----------------|----------------|
| X        | 153 mm         | 100 mm         |
| Y        | 153 mm         | 100 mm         |
| Z        | 50 mm          | 50 mm          |
| M        | 20 mm          | 13 mm          |
| Tilt     | -15 à 70°      | -4 à 70°       |
| Rotation | 360°           | 360°           |

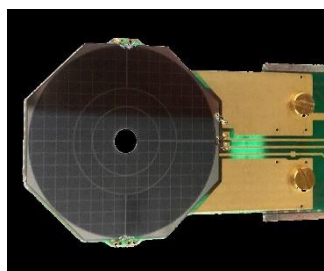
- SAS :
  - Insertion d'échantillon jusqu'à 75mm de largeur sans interruption de pompage dans la chambre principale
  - Chambre de gravure laser = pas de pollution de la chambre principale

# Détecteurs d'électrons

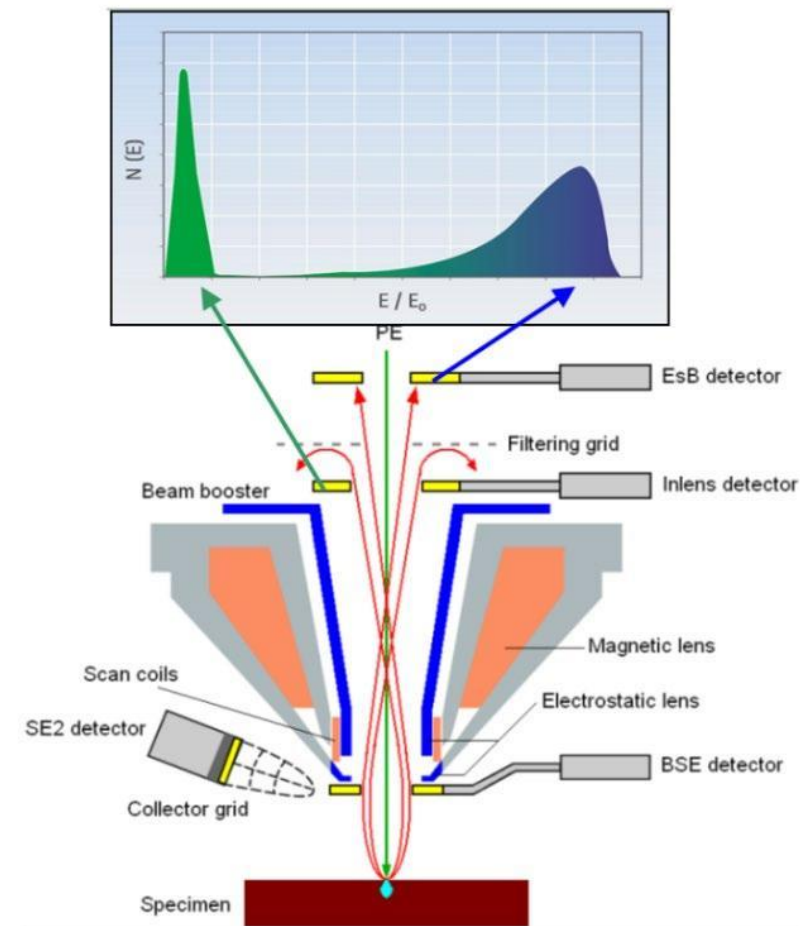
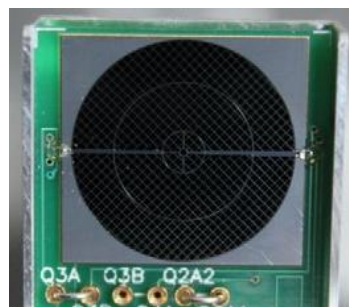
- Dans la colonne :
  - Electrons secondaires (In-lens SE)
  - Electrons retrodiffusés dans la colonne (In-lens EsB)

- Dans la chambre :
  - Electrons secondaires (Everhart-Thornley)

- Electrons retrodiffusés rétractable (aBSD4)



- Electrons transmis rétractable (aSTEM)

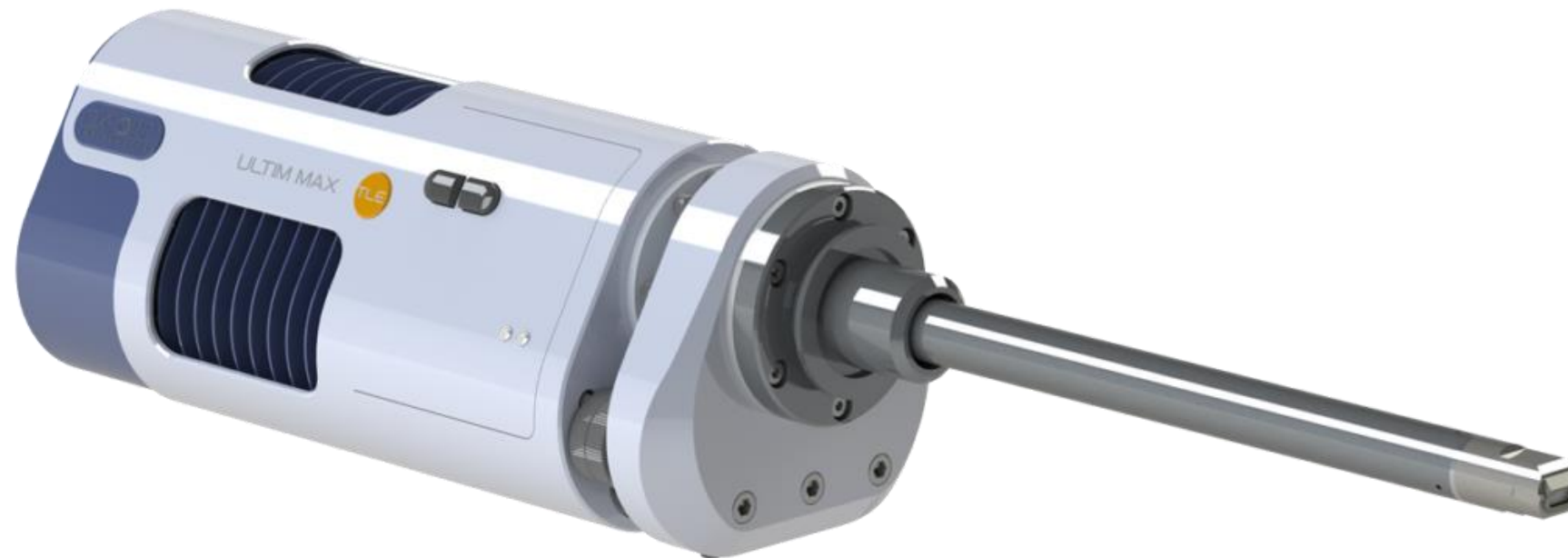




# Microanalyse élémentaire EDX

## Analyse chimique (EDS/EDX) : détecteur SDD Ultim Max 100 (Oxford)

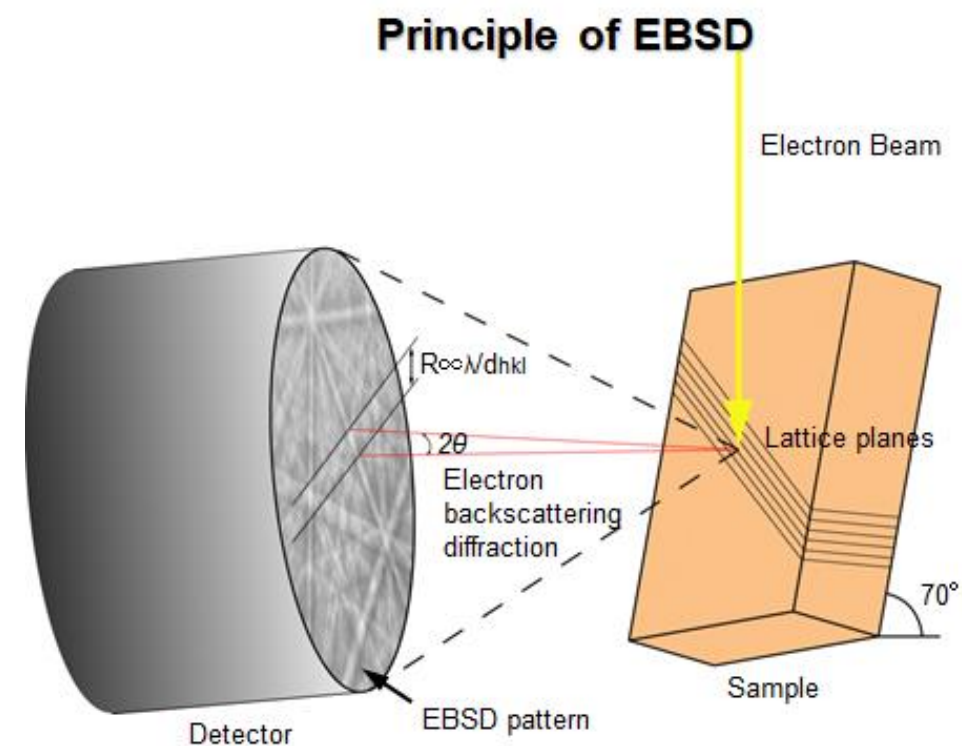
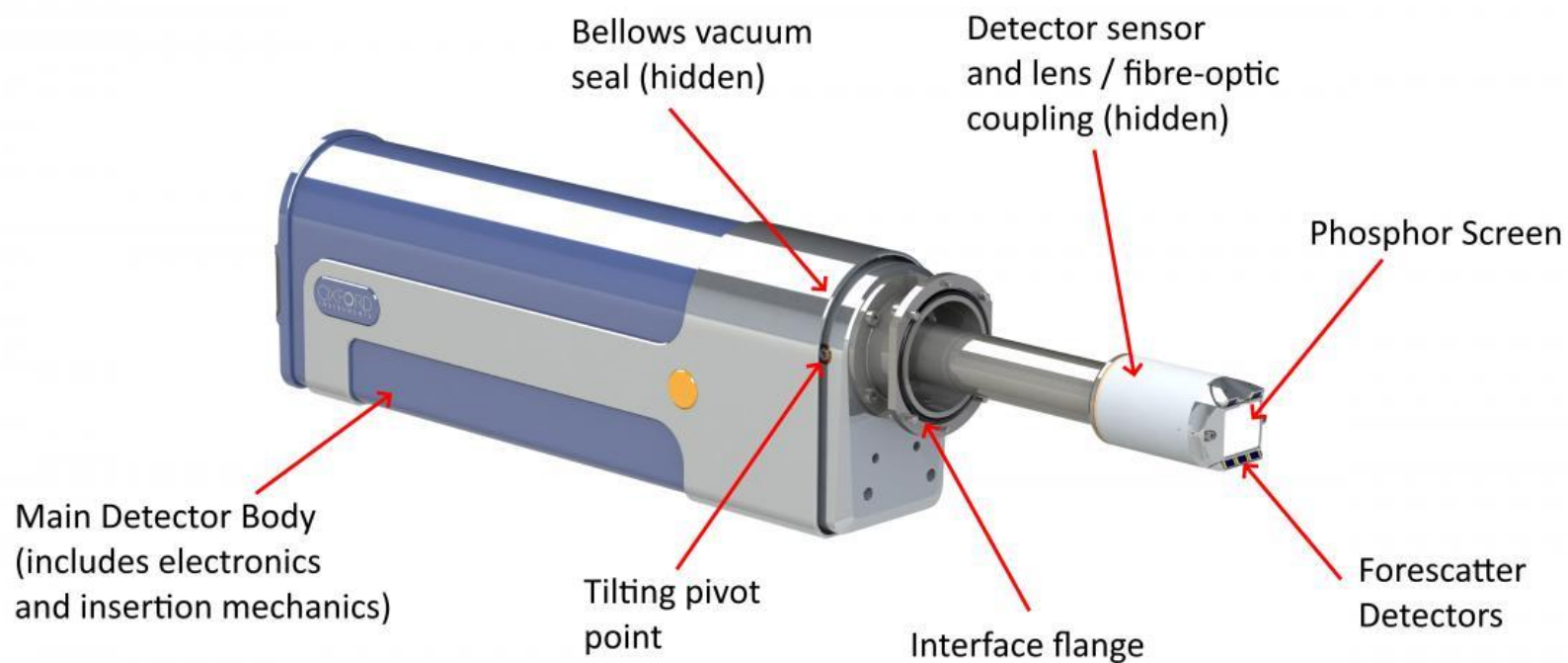
- Capteur SDD
- Grande surface active = 100mm<sup>2</sup> → rapidité d'acquisition
- Détecteur motorisé : insertion, rétraction
- Refroidissement thermoélectrique double étage Peltier (pas d'azote liquide)



# Microanalyse structurale EBSD

## Analyse cristallographique (EBSD) : détecteur Symmetry S2 (Oxford)

- Détecteur CMOS plus rapides ( $> 4500$  Hz) et plus sensibles qu'un détecteur CCD
- Motorisation : insertion, rétraction, tilt
- EDS et EBSD simultanément



# Système d'injection de gaz

## - 2 injecteurs de gaz UNIGIS

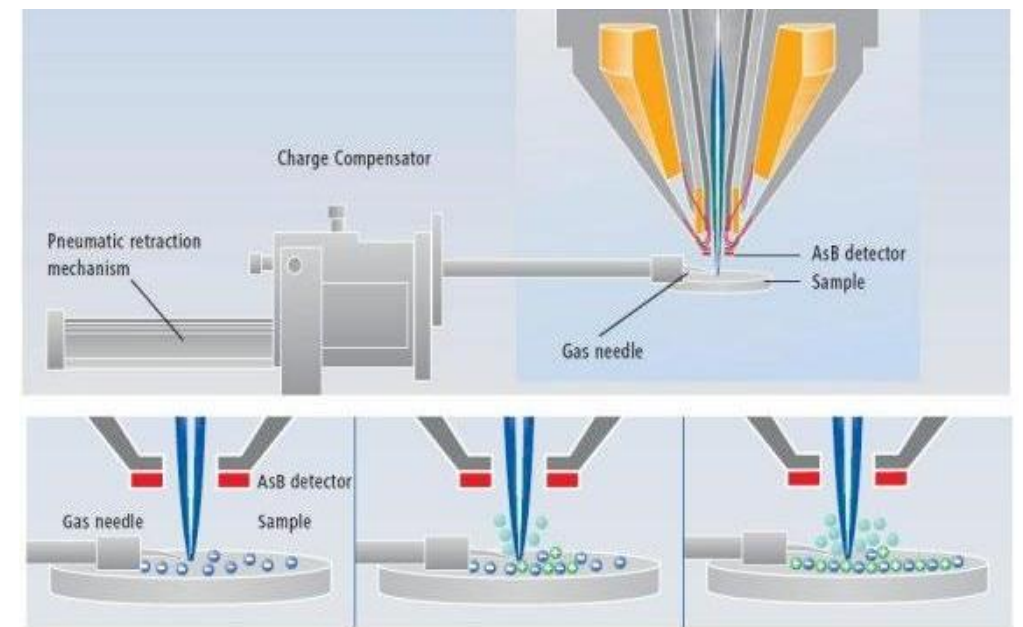
- pour la réalisation de dépôts localisés ou la gravure sélective
- échange rapide des cartouches de gaz (10mn)
- gaz disponibles :
  - Platinum (Pt)
  - Carbon (C)
  - Tungstène (W)
  - Oxyde de Silicium (SiO<sub>2</sub>)
  - Eau (H<sub>2</sub>O)

## - Compensation des charges négatives (MEB)

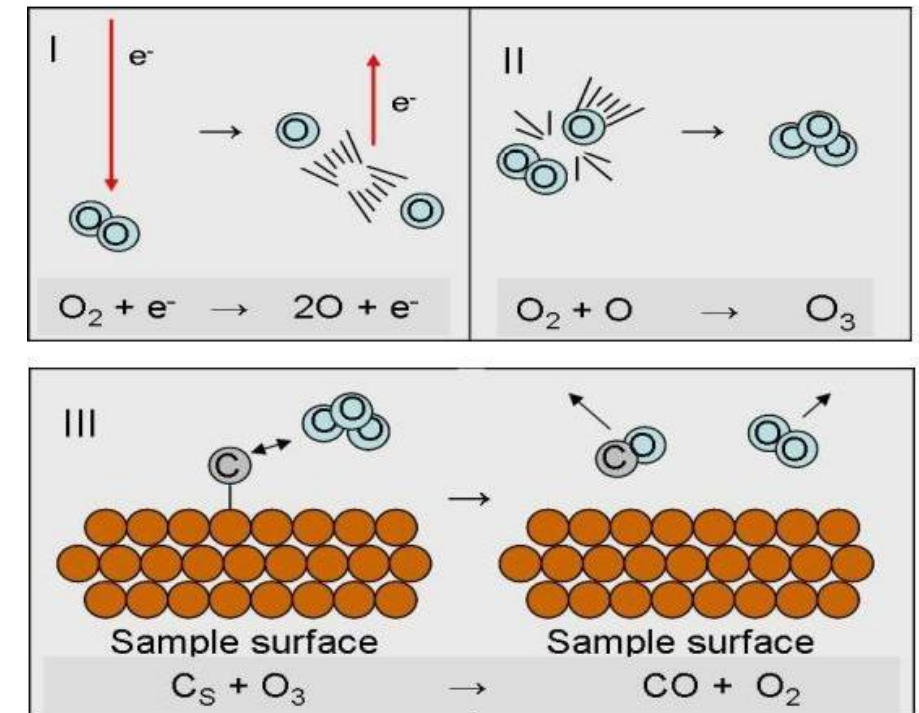
Le compensateur de charge permet d'apporter localement un flux d'azote sur la surface de l'échantillon afin éliminer les effets de charges dus à l'accumulation des électrons sur un matériaux isolant.

## - Module « In-situ sample cleaning » (CCC)

permet de nettoyer la surface des échantillons par une injection d'oxygène



Compensation des charges négatives



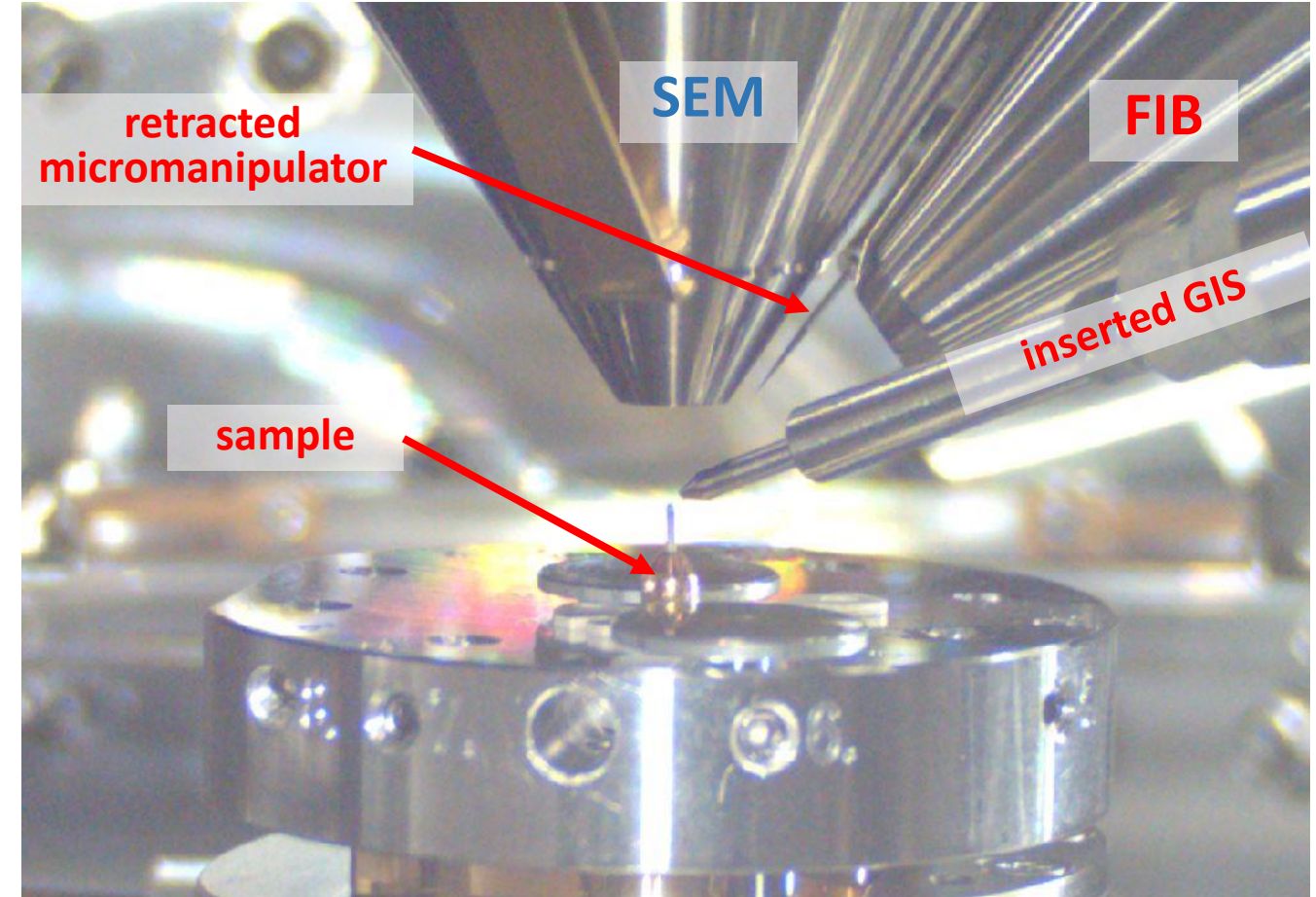
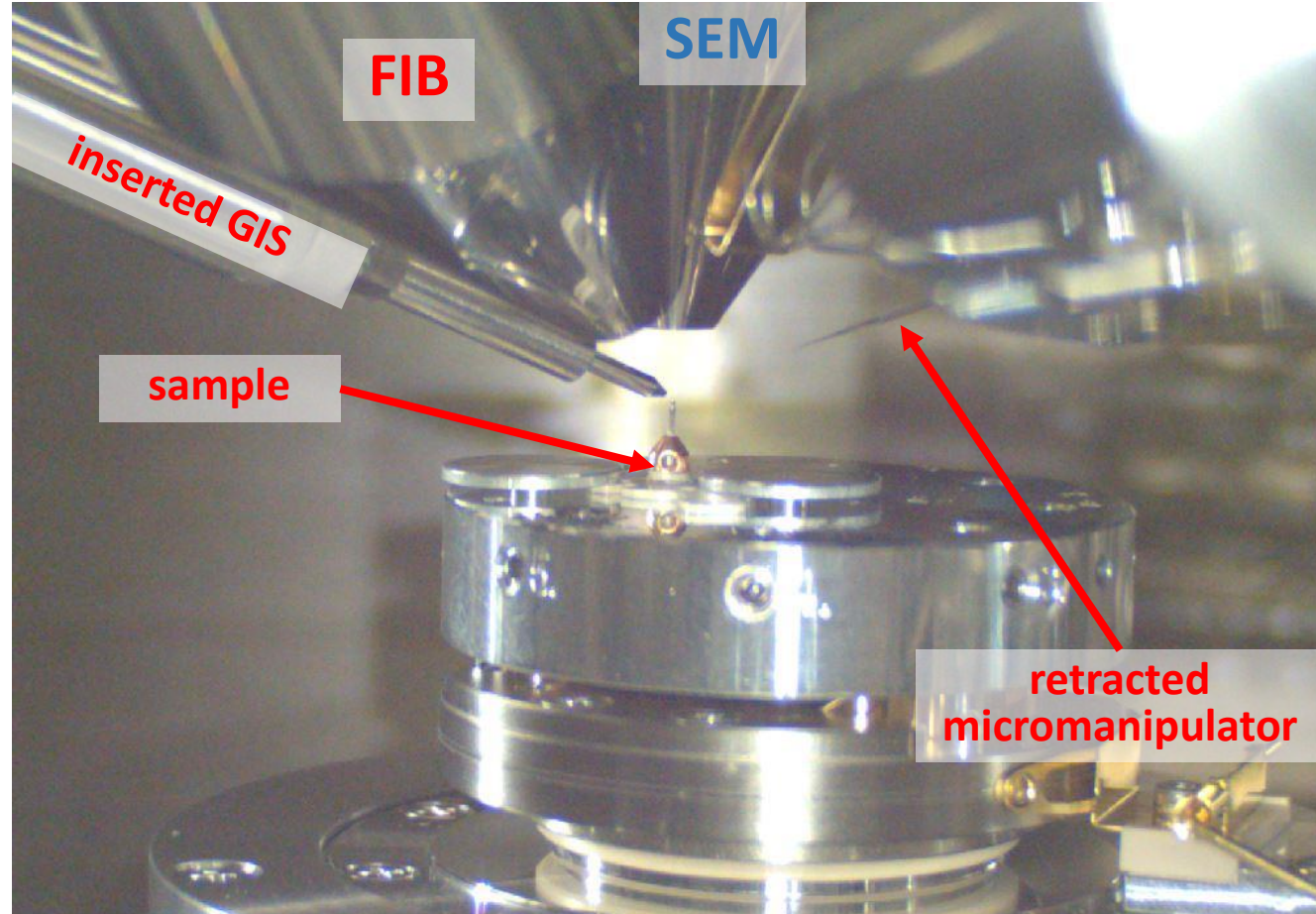
In-situ sample cleaning



# Deux caméras dans la chambre

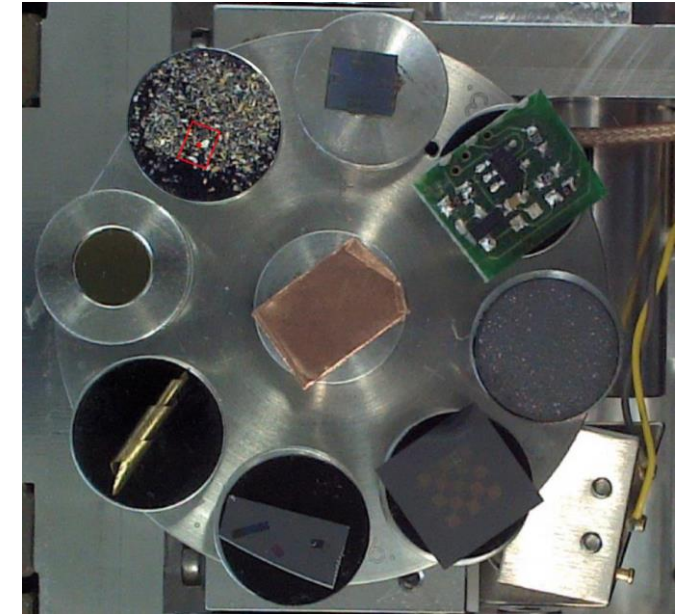
pour visualiser :

- les colonnes MEB et FIB
- les échantillons
- les détecteurs rétractables (Retro, STEM, EDX et EBSD) et les injecteurs de gaz afin d'éviter une collision
- la position des micromanipulateurs



# Autres caméras et micromanipulateurs

- **Caméra dans le SAS**
  - visualisation des différentes étapes de la gravure laser (registration et gravure)
- **Caméra de Navigation**
  - visualisation de la position de chaque échantillon sur la platine
  - déplacement d'un échantillon à l'autre (double clic)
- **Deux micromanipulateurs Kleindiek**
  - Transfert de lame TEM, manipulation d'objet micrométrique, ...



Caméra de navigation (Zeiss)

# Logiciels

- **Smart SEM** : contrôle du MEB
- **Smart FIB** : contrôle du FIB
- **Laser Mill** : contrôle du laser femtoseconde
- **module ZenPrep** : permet d'automatiser les tâches de préparation des lames TEM jusqu'à l'amincissement final
- **Logiciel Atlas** :
  - analyse EDS
  - analyse EBSD
  - automatisation de la 3D nano-tomographie et 3D EDS/EBSD



# Caractéristiques MEB

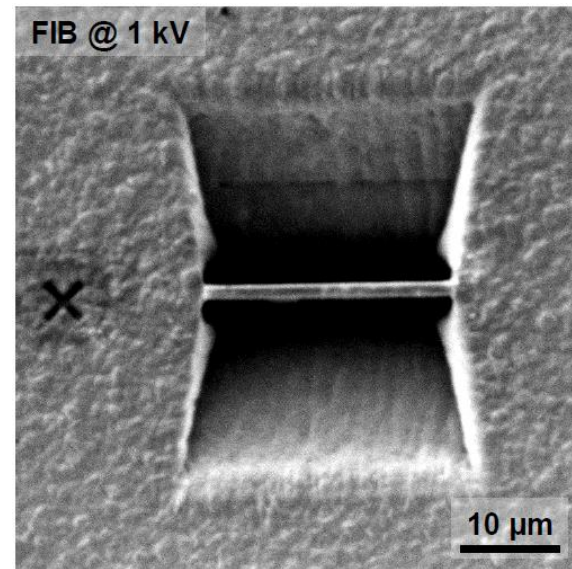
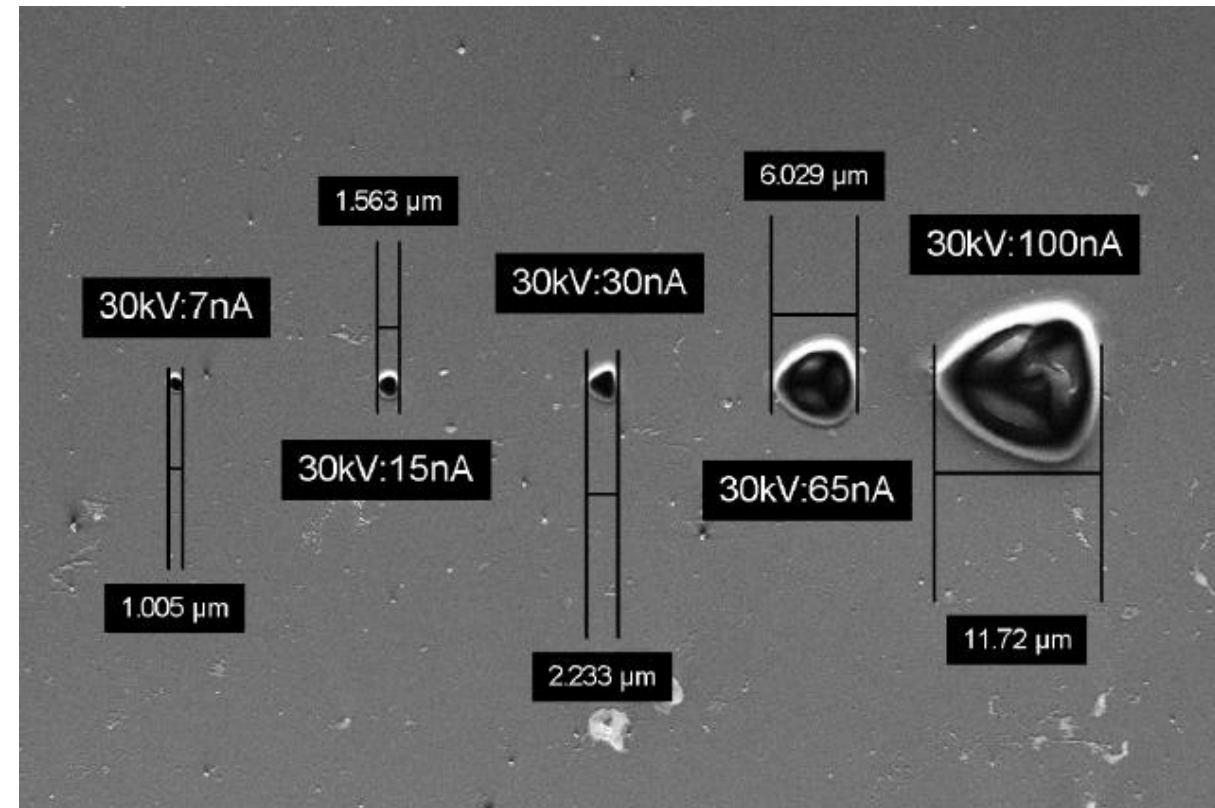
- **Source** : Emission de champ Schottky
  - **Durée de vie moyenne** = 3 ans
  - **Courant de sonde** : 3pA à 40nA ajustable en continu
  - **Tension d'accélération** : 20V à 30kV variable par pas de 10V
  - **Stabilité** : meilleure que 0,2% par heure
  
  - **Résolution** :
    - 30kV mode STEM : 0,6 nm
    - 15kV WD optimale : 0,7 nm
    - 1kV WD optimale : 1,4 nm
    - 30kV WD 5mm : 0,7 nm
    - 1kV WD 5mm : 1,8 nm
- WD : distance de travail
- WD = 5mm = point de coïncidence MEB/FIB

# Caractéristiques FIB

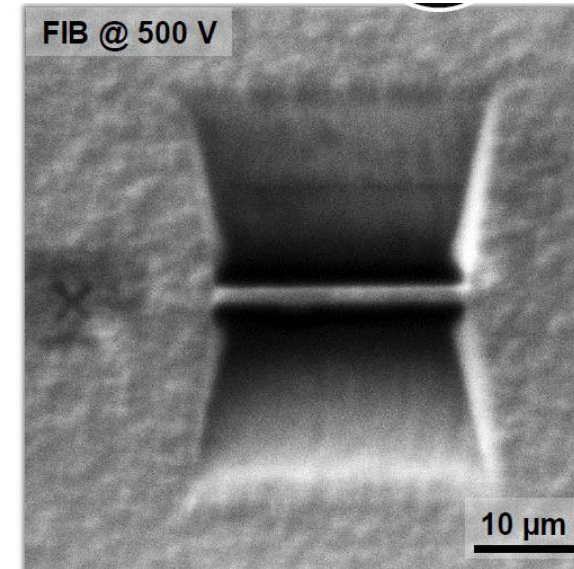
- **Type de source ionique** : Source Gallium liquide (Ga-LMIS)
- **Durée de vie moyenne** = 3000 $\mu$ Ah à 2 $\mu$ A d'émission
- **Courant de sonde** : 1pA à 100nA
- **Tension d'accélération** : 500V à 30kV
- **Stabilité** : meilleure que 5% par heure

- **Résolution** :

- 30kV : 3 nm
- 1kV : 120 nm
- 500V : 330 nm



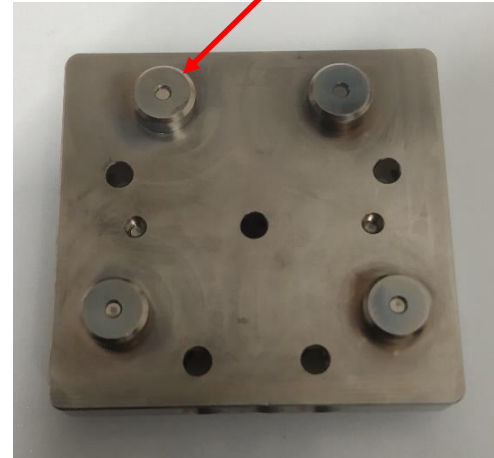
FIB - 1kV



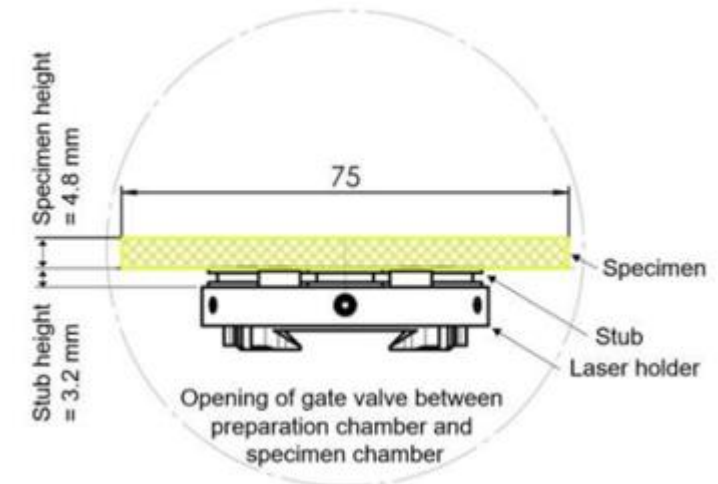
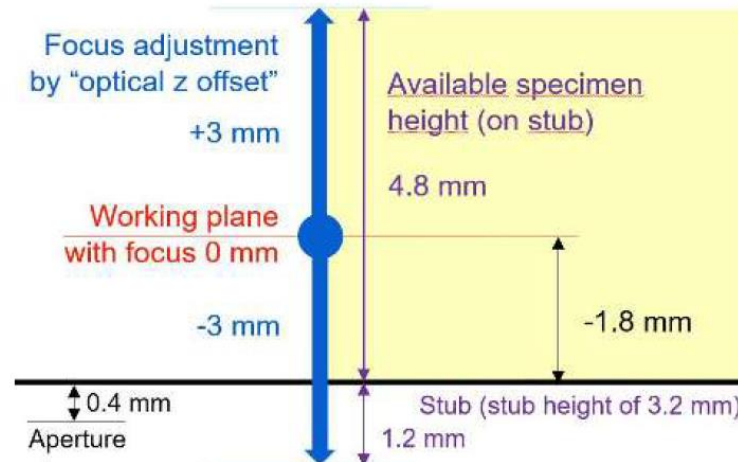
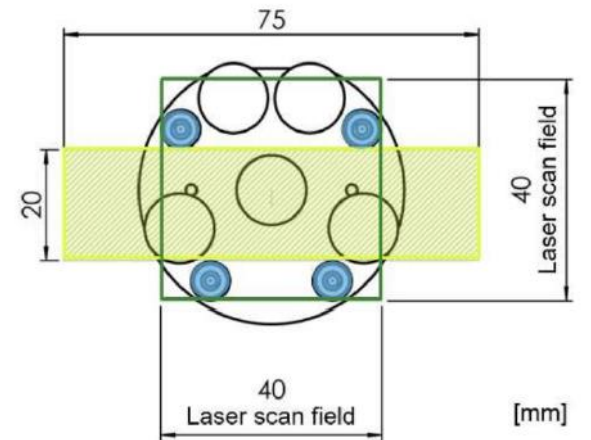
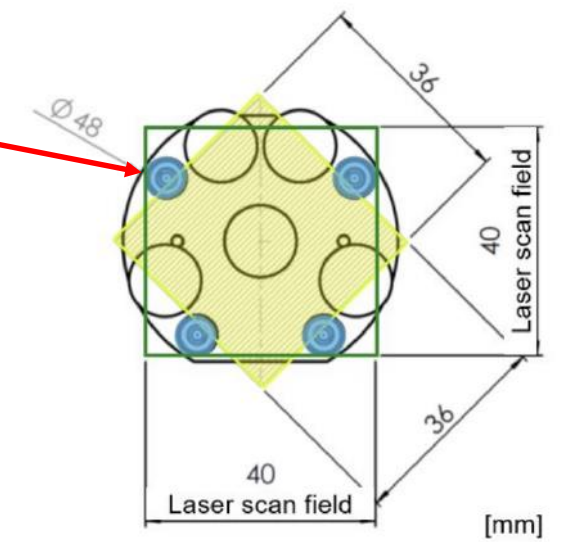
FIB - 500V

# Caractéristiques du laser femtoseconde

- **Champ de travail** : 40 x 40 mm
- **Taille d'échantillon maximum:**
  - Hauteur : 8 mm
  - Surface : carré 30 x 30 mm  
rectangle 75 x 20 mm,  
disque 32 mm
- **Longueur focal** : 100 mm (télécentrique)
- **Laser femtoseconde** :
  - Type : Diode Pumped Solid State (DPSS)
  - Puissance moyenne à 1MHz : 10 W
  - Puissance pique par pulse : < 29 MW
  - Energie maximum par pulse : 10μJ à 1MHz
  - Durée du pulse : < 350 fs
  - Longueur d'onde : 515 nm
  - Fréquence de pulse : 100 Hz à 1 MHz
  - Vitesse de balayage : 0,1 à 9000 mm/s
  - Diamètre : < 15 μm

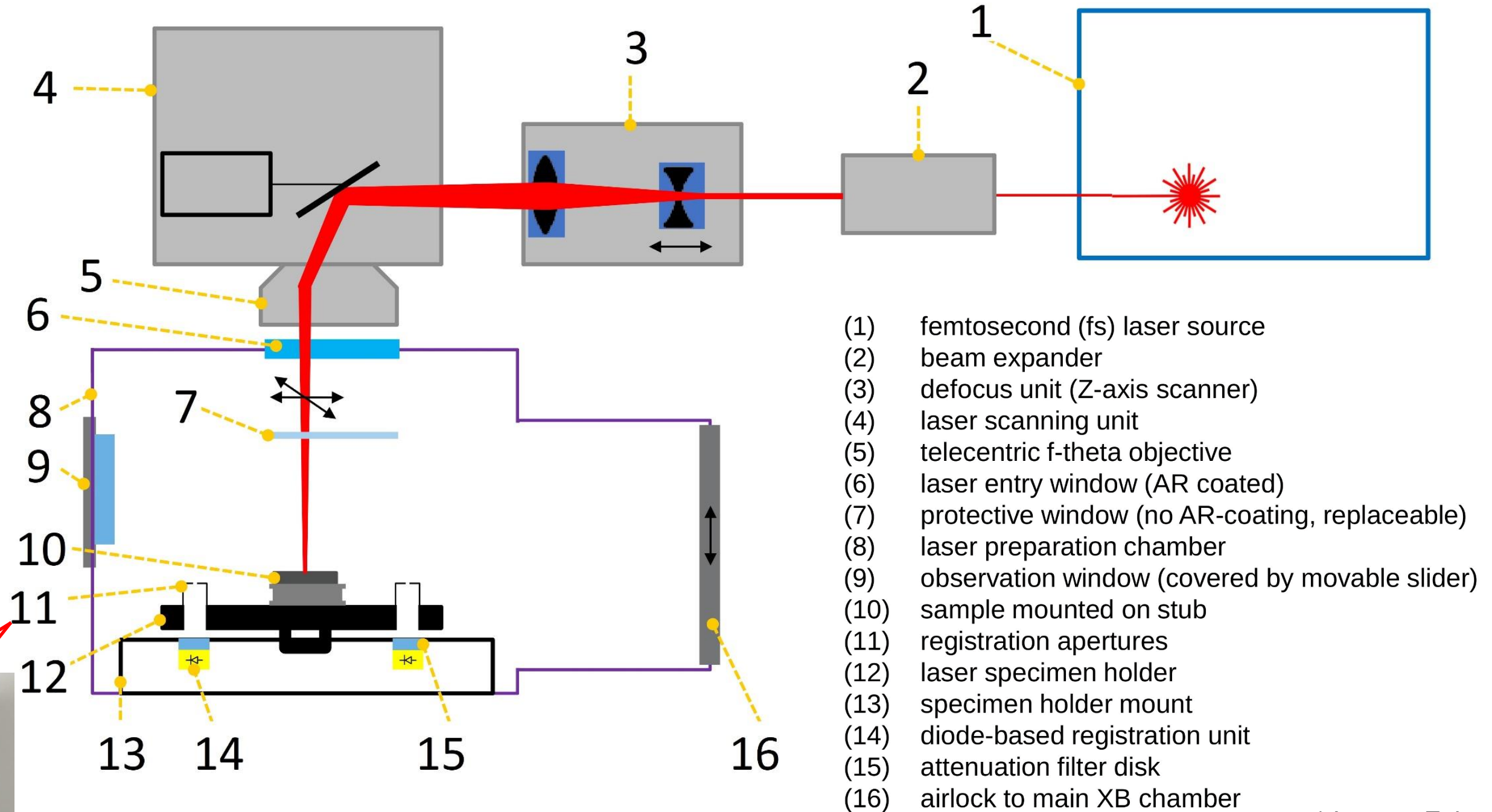


registration apertures



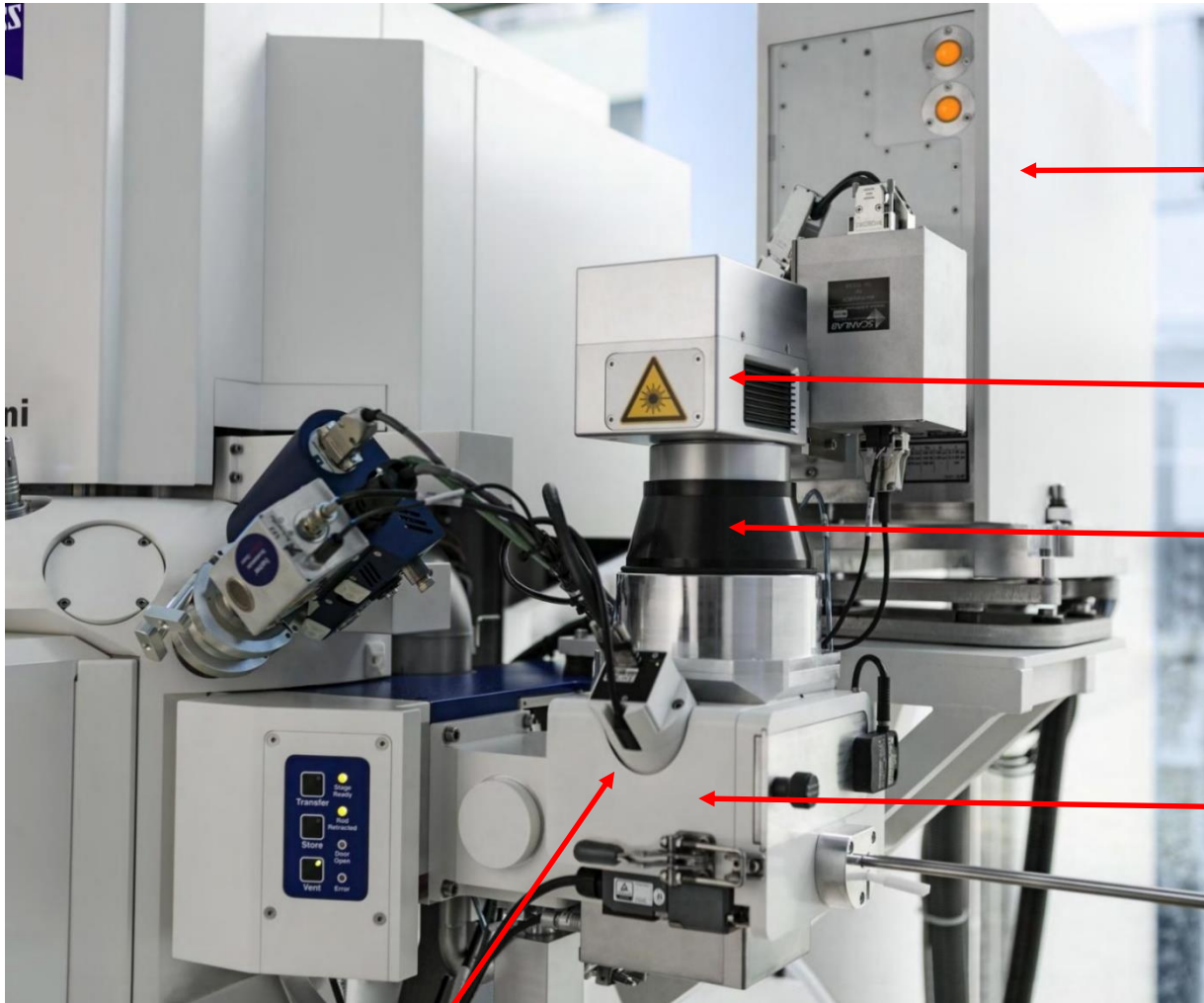


# Principe de fonctionnement du laser femtoseconde



- (1) femtosecond (fs) laser source
- (2) beam expander
- (3) defocus unit (Z-axis scanner)
- (4) laser scanning unit
- (5) telecentric f-theta objective
- (6) laser entry window (AR coated)
- (7) protective window (no AR-coating, replaceable)
- (8) laser preparation chamber
- (9) observation window (covered by movable slider)
- (10) sample mounted on stub
- (11) registration apertures
- (12) laser specimen holder
- (13) specimen holder mount
- (14) diode-based registration unit
- (15) attenuation filter disk
- (16) airlock to main XB chamber

# Laser femtoseconde



Camera

Protective window

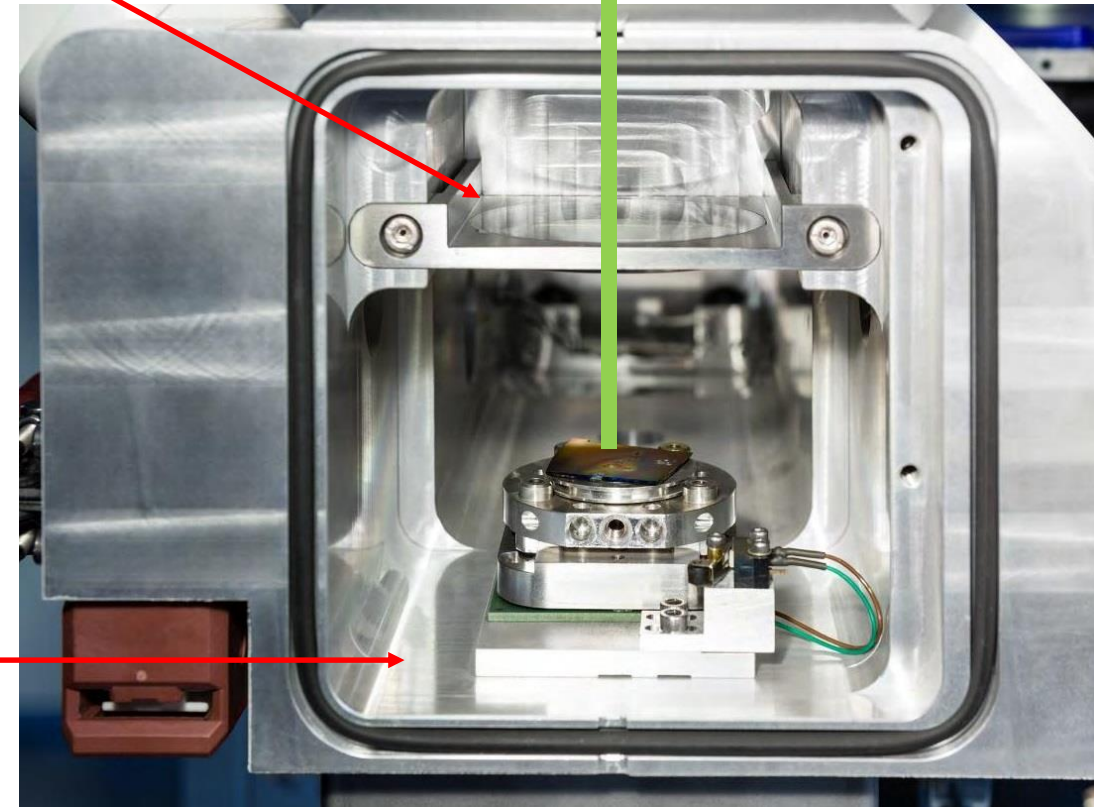
Laser femtosecond source

Laser scanning unit

Telecentric objective

SAS

Laser beam  
40 mm x 40 mm scan field



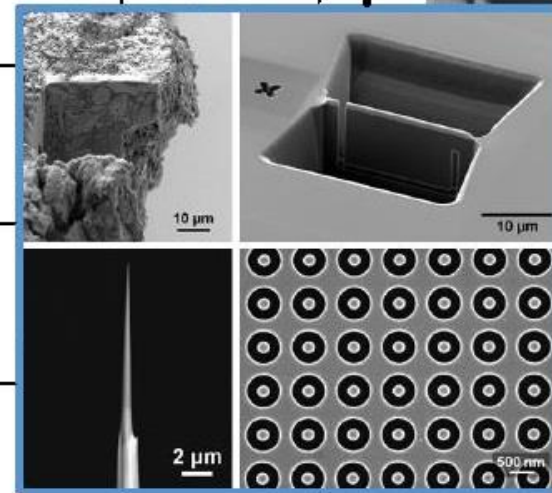
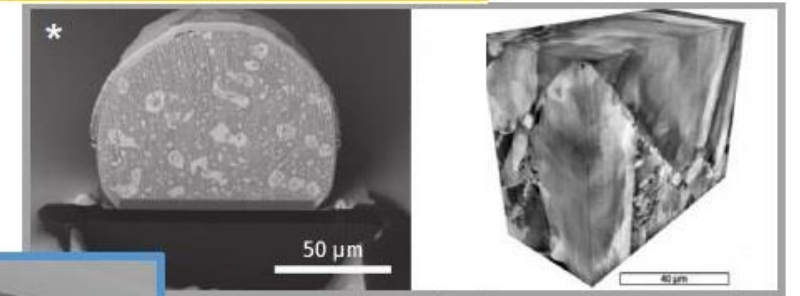
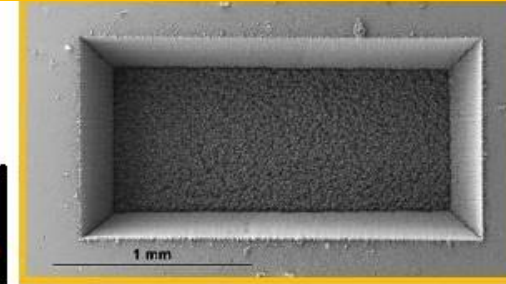
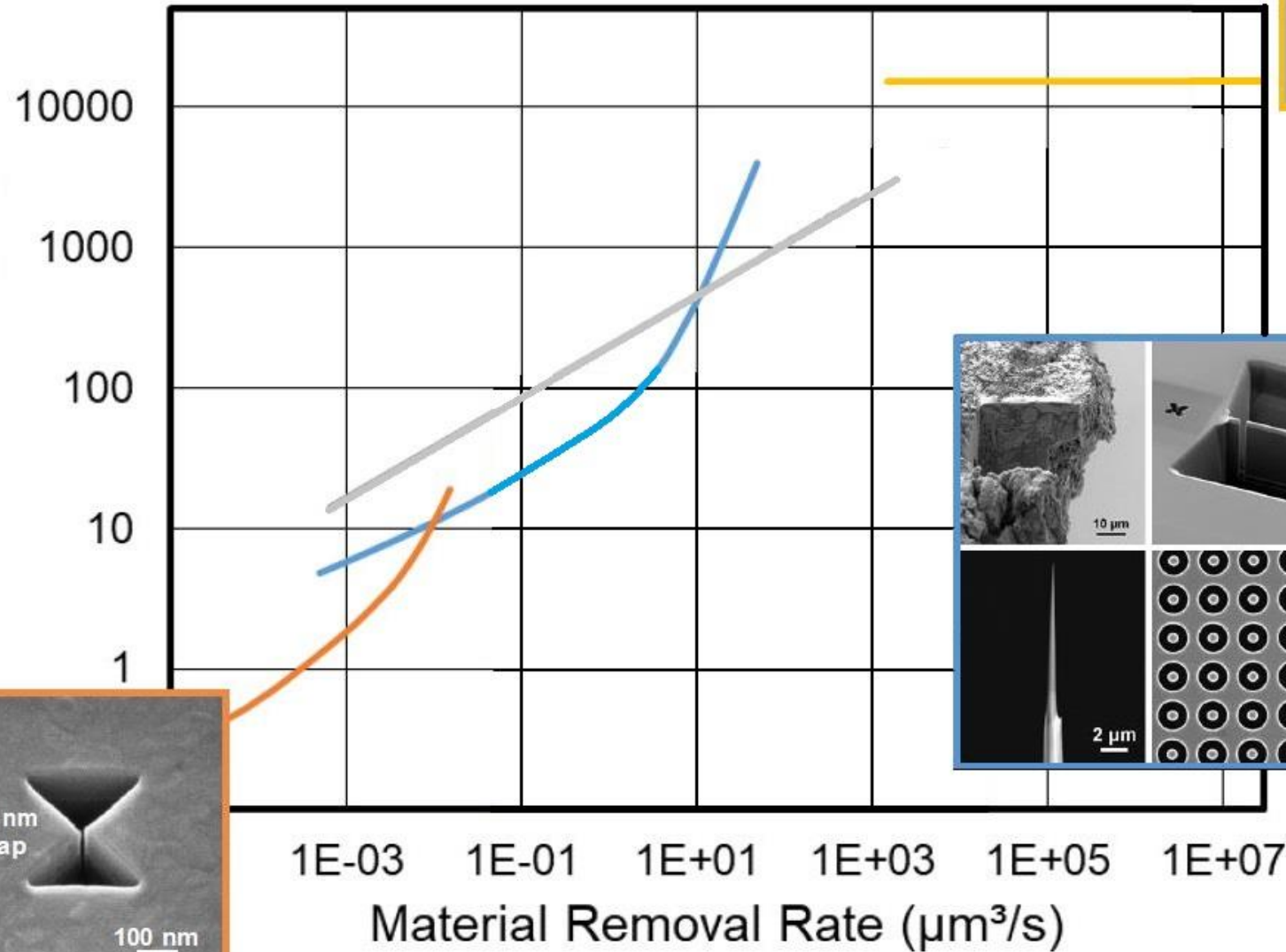
Processing under Vacuum or air

# Laser femtoseconde

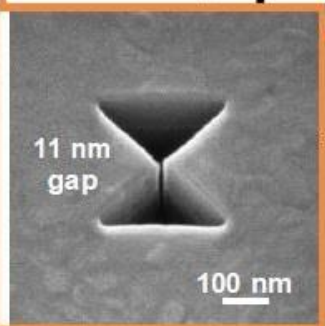
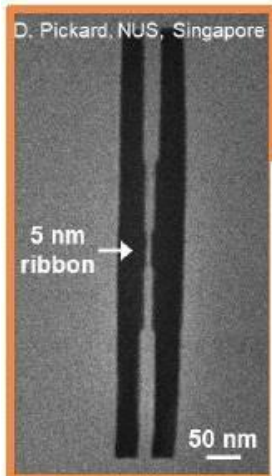
Size : X = 2 mm  
 Y = 1 mm  
 Z = 750  $\mu$ m

removed material = 1,5 mm<sup>3</sup> (Si)  
 Side wall slope = 12°  
 Process time = 5 mn

Beam Diameter  
 (nm)

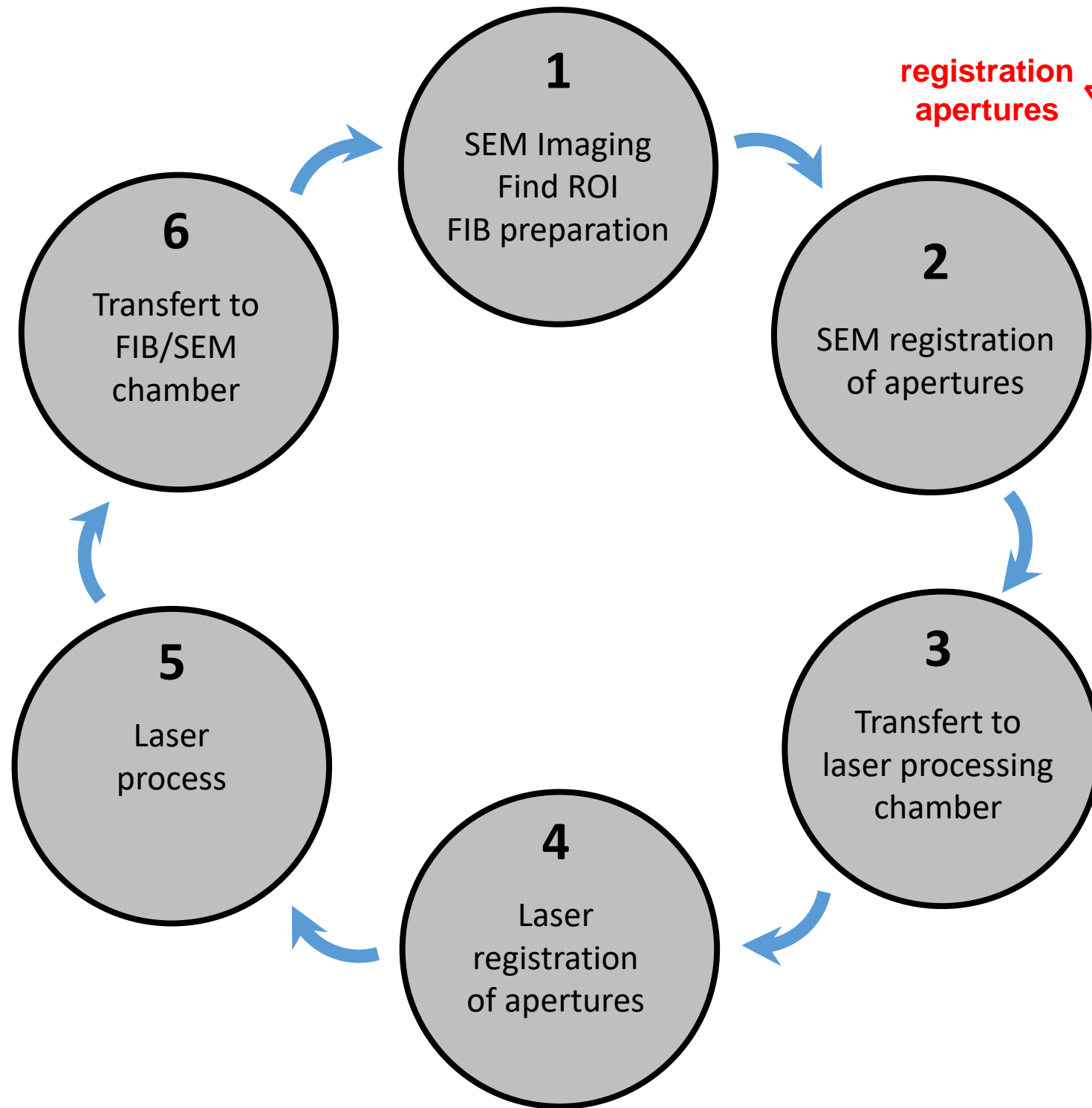
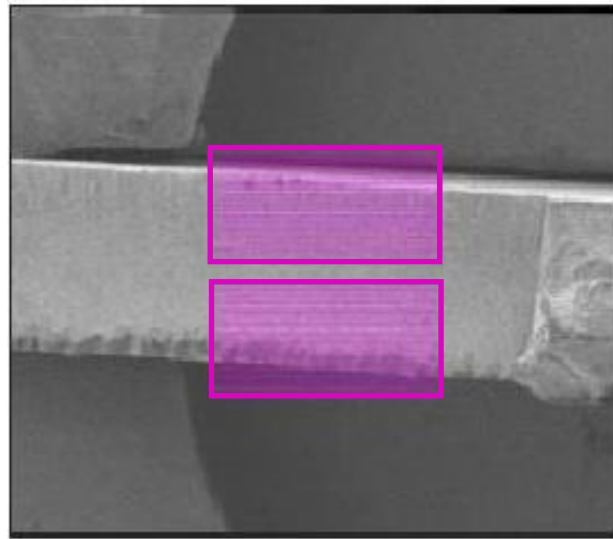


- Ga LMIS 30kV
- He GFIS 30kV
- Xe Plasma 30kV
- Laser





# Laser workflow



registration  
apertures

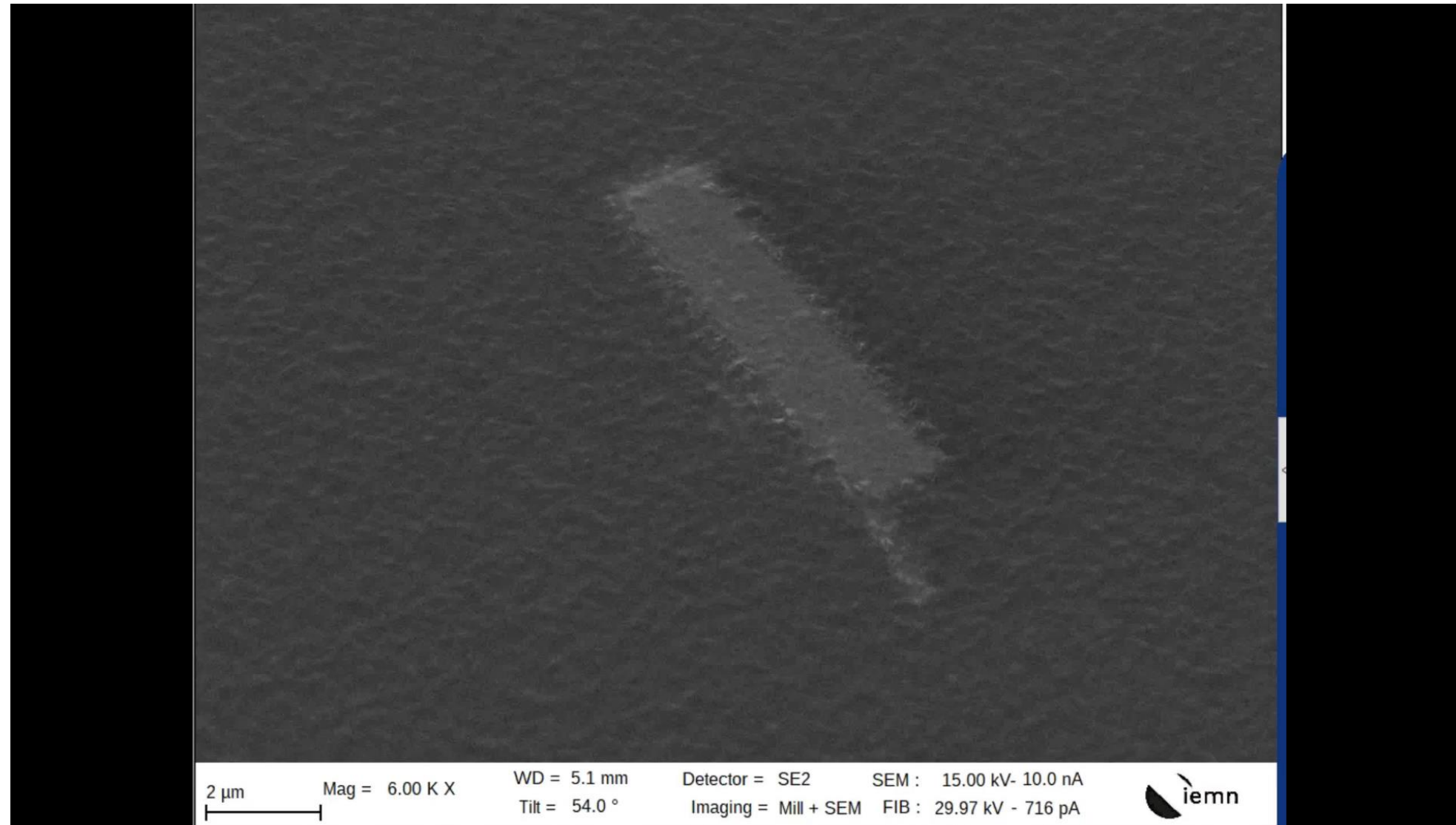


# Laser workflow



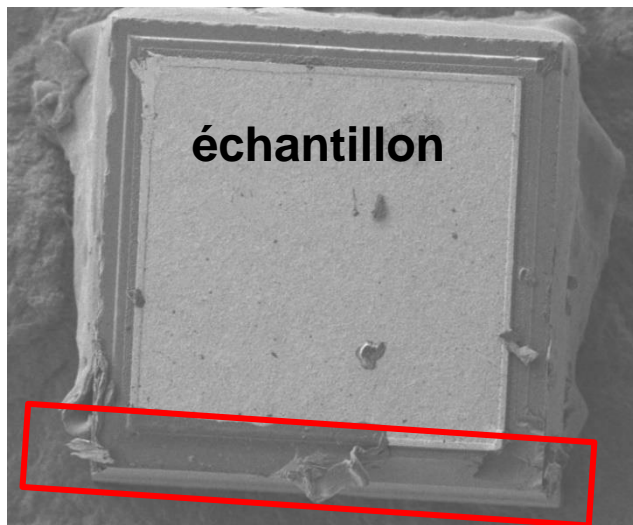
# Prépa TEM + visualisation MEB en direct

Observation de la préparation d'une lame pour la microscopie en transmission  
imagerie électronique (MEB) en temps réel (vidéo non accélérée)

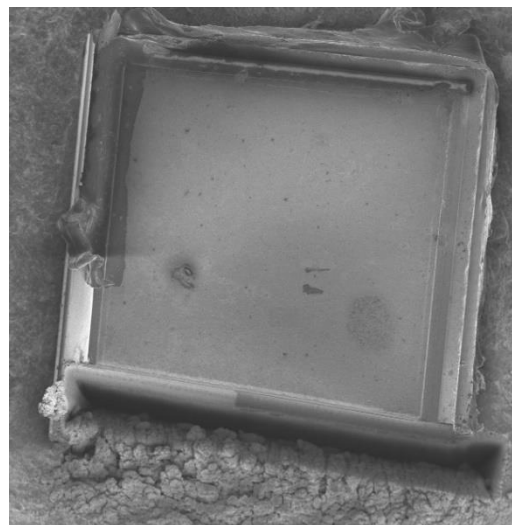




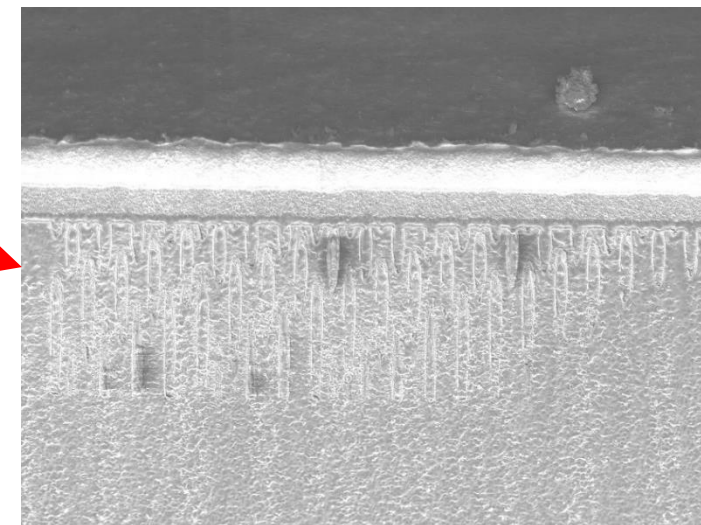
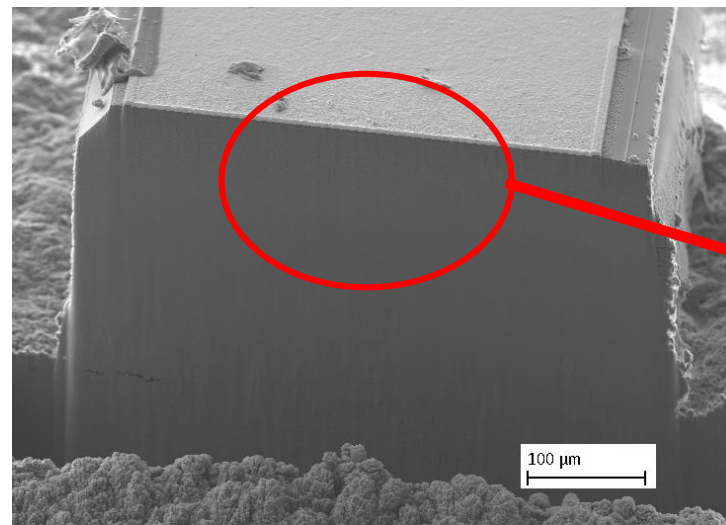
# Gravure Laser + FIB



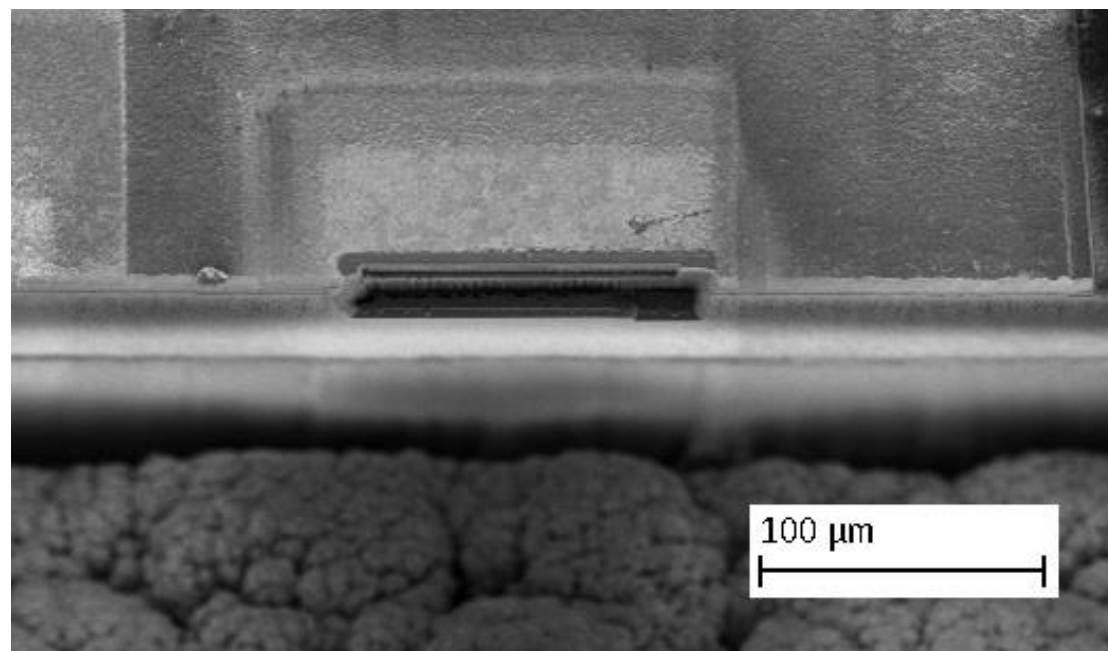
zone de gravure laser



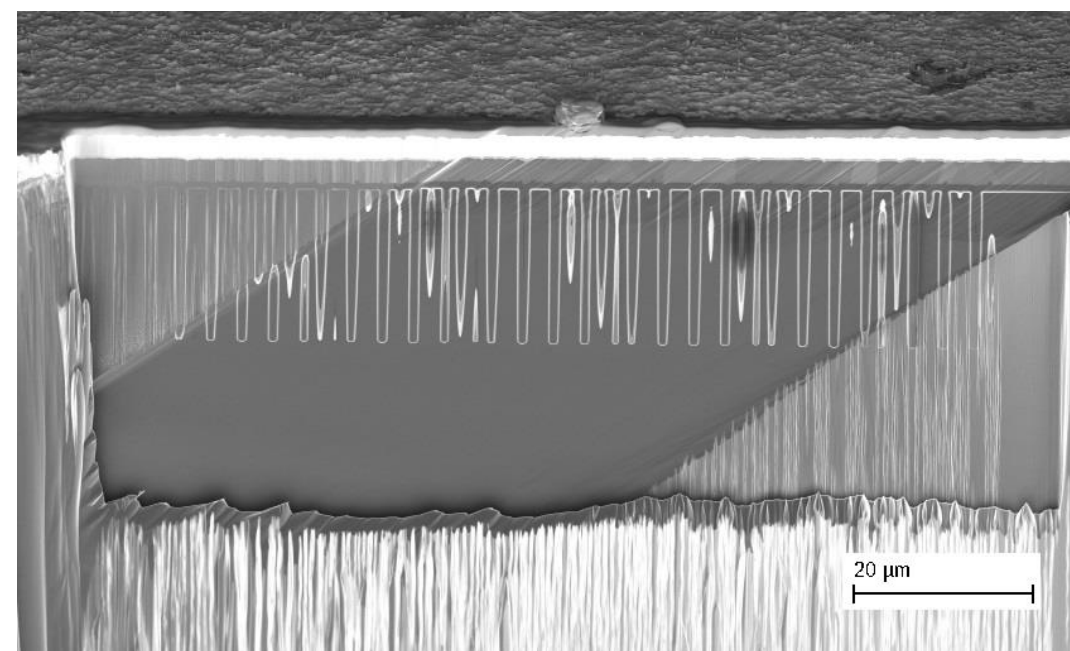
gravure laser = 60s



section après gravure laser



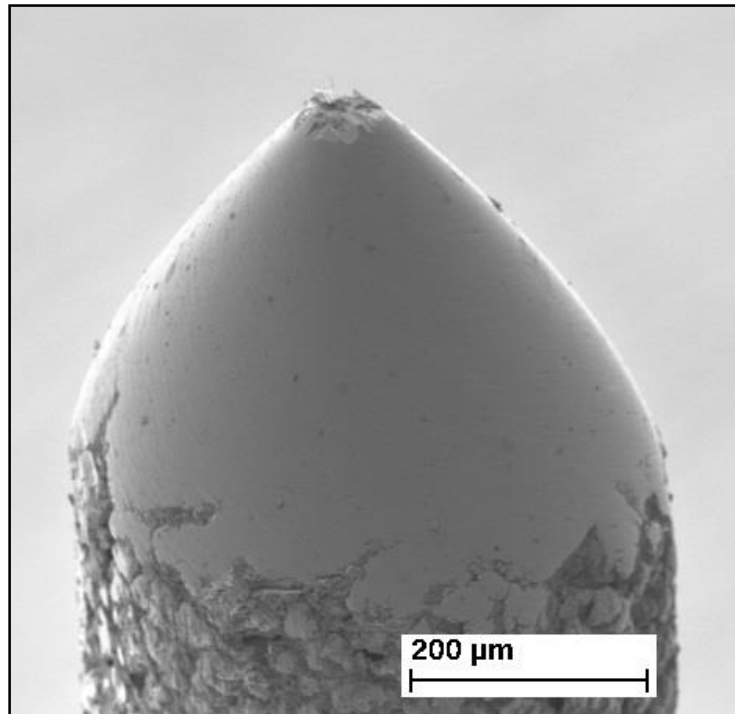
gravure FIB = 20mn



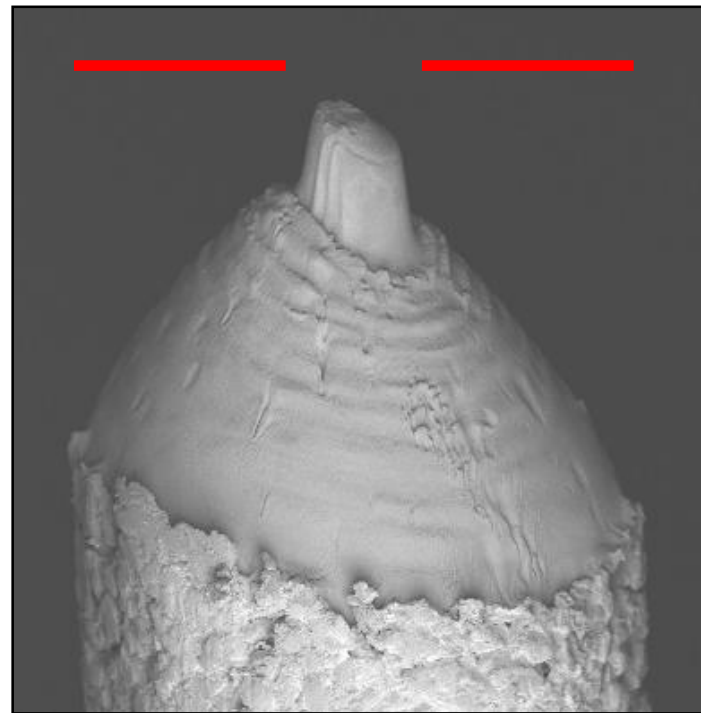
section après gravure FIB

# Gravure Laser

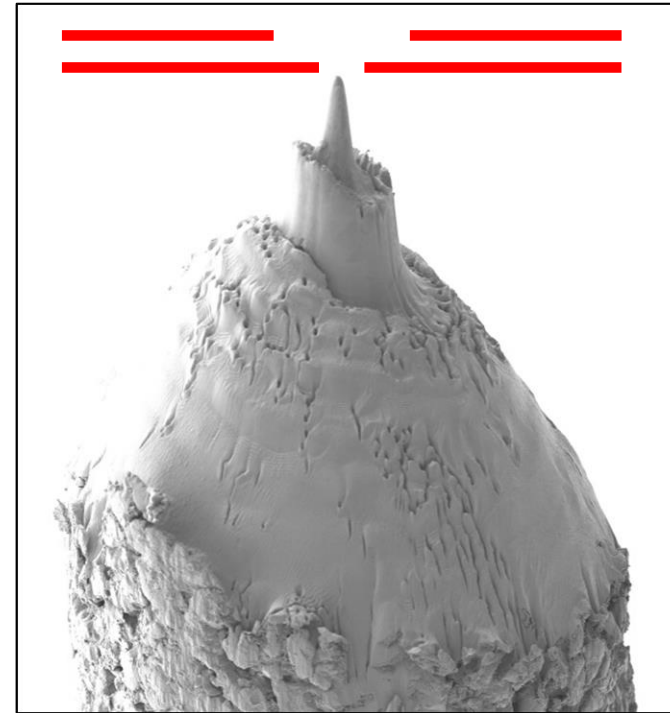
## Pointe en Chrome pour microscopie en champ proche



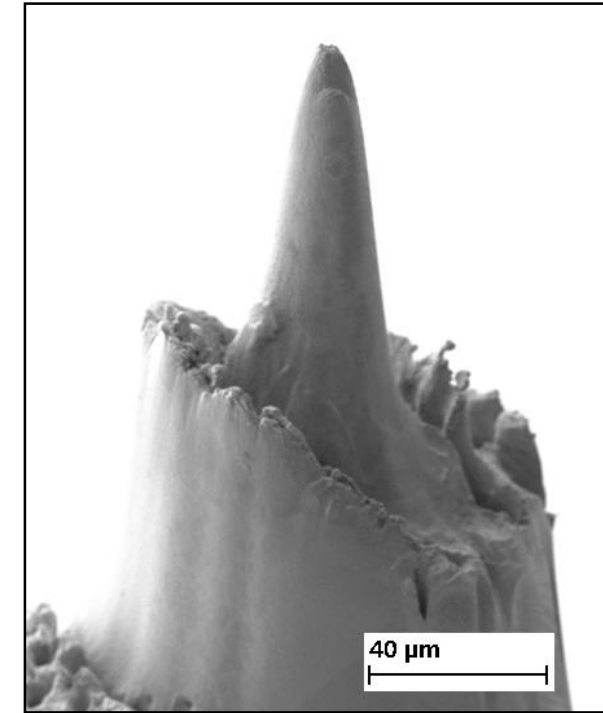
Fil de Chrome  
 $\text{Ø} = 500\mu\text{m}$



Etape 1 – Gravure laser  
Rext = 260µm - Rint = 50µm  
durée = 13s



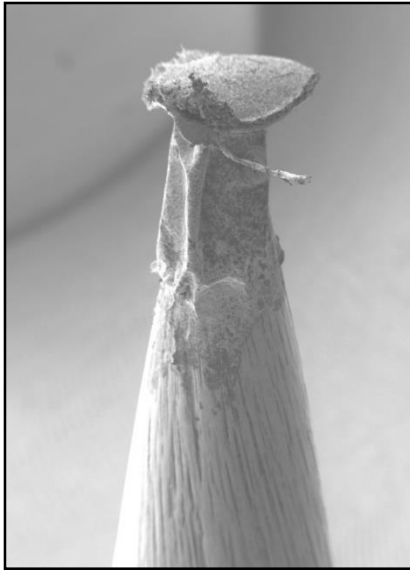
Etape 2 – Gravure laser  
Rext = 260µm - Rint = 50µm +  
Rext = 260µm - Rint = 20µm  
durée = 13s + 13s



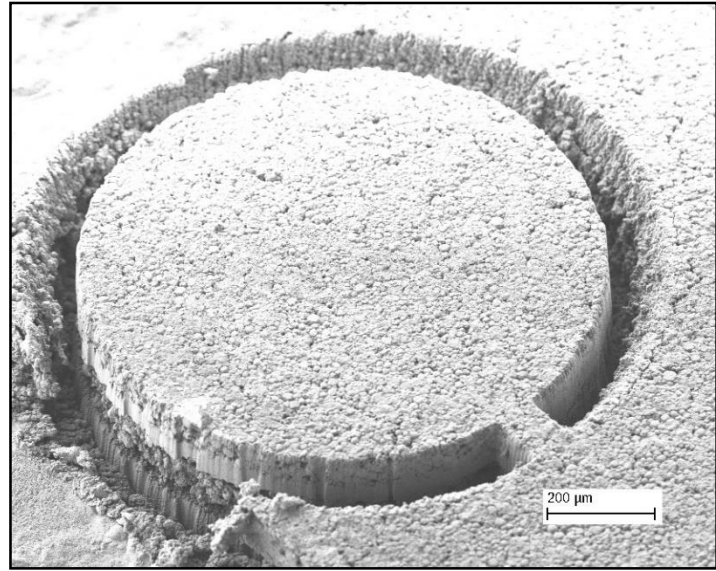
Etape 3 – Gravure FIB  
à réaliser

# Gravure Laser

Gravure d'un pilier de 100 $\mu$ m de diamètre sur une pointe  
pour analyse au Synchrotron (tomographie)



Disque prélevé à l'emporte pièce  
 $\varnothing = 1\text{mm}$



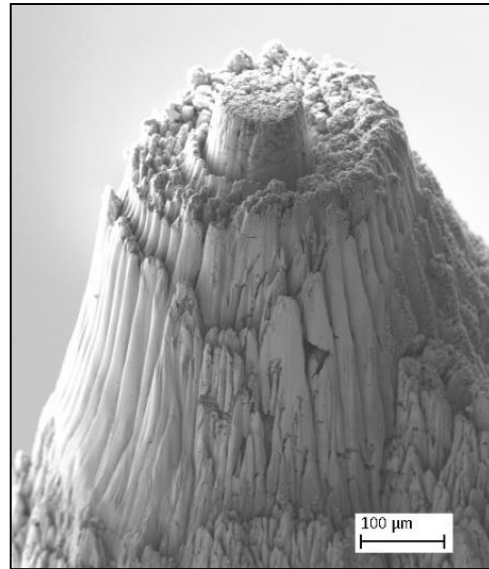
Disque découpé au laser  
 $\varnothing = 1\text{mm}$



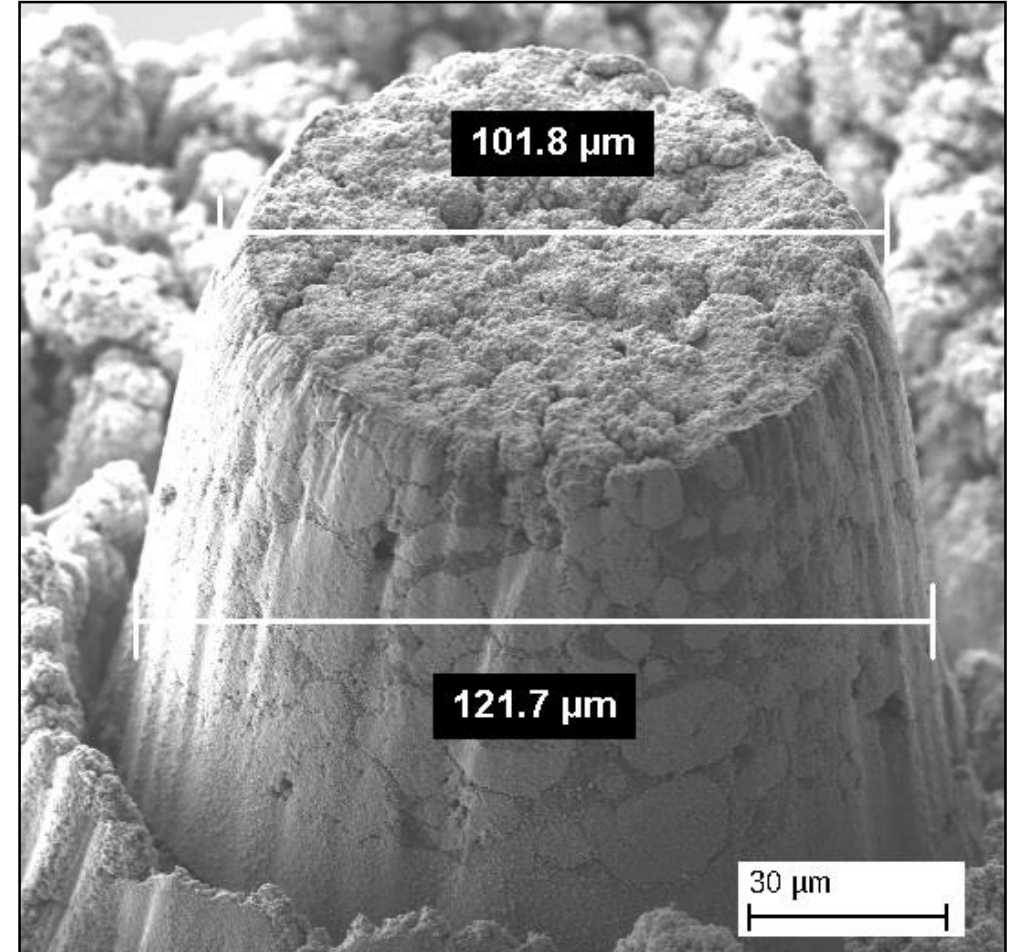
Disque collé sur la pointe  
(laque à l'argent)



Gravure laser  
 $\varnothing = 300\mu\text{m}$



Gravure laser  
 $\varnothing = 100\mu\text{m}$





**Merci pour votre attention**