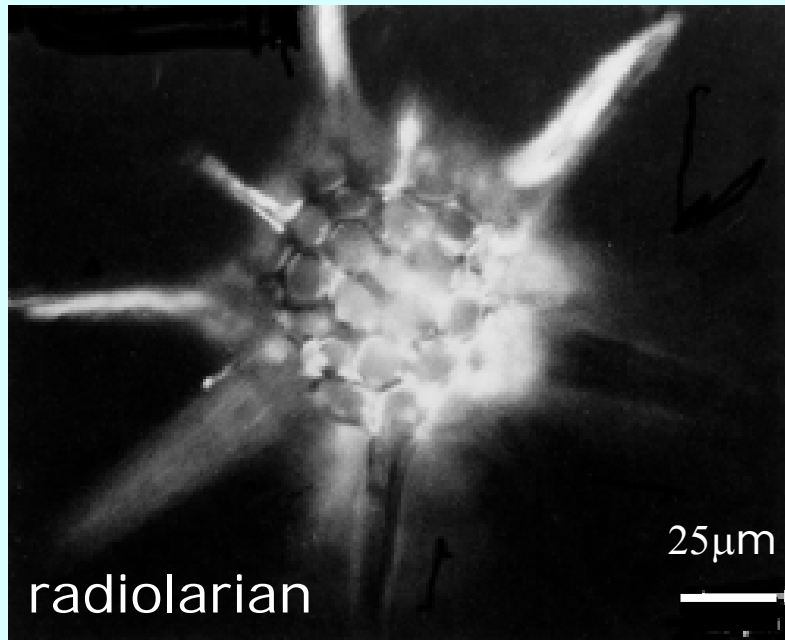


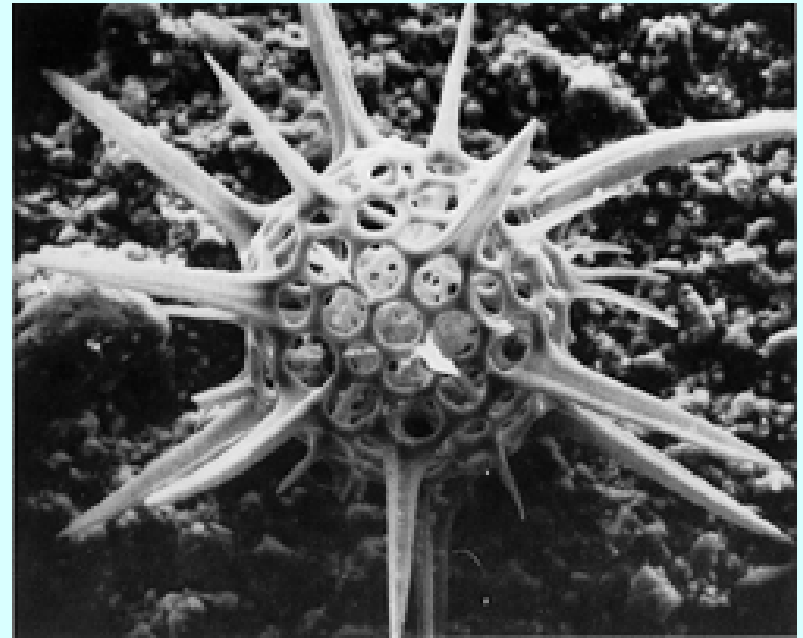
Microscopia elettronica (SEM)

Optical Microscopy vs Scanning Electron Microscopy



OM

**Small depth of field
Low resolution**



SEM

**Large depth of field
High resolution**

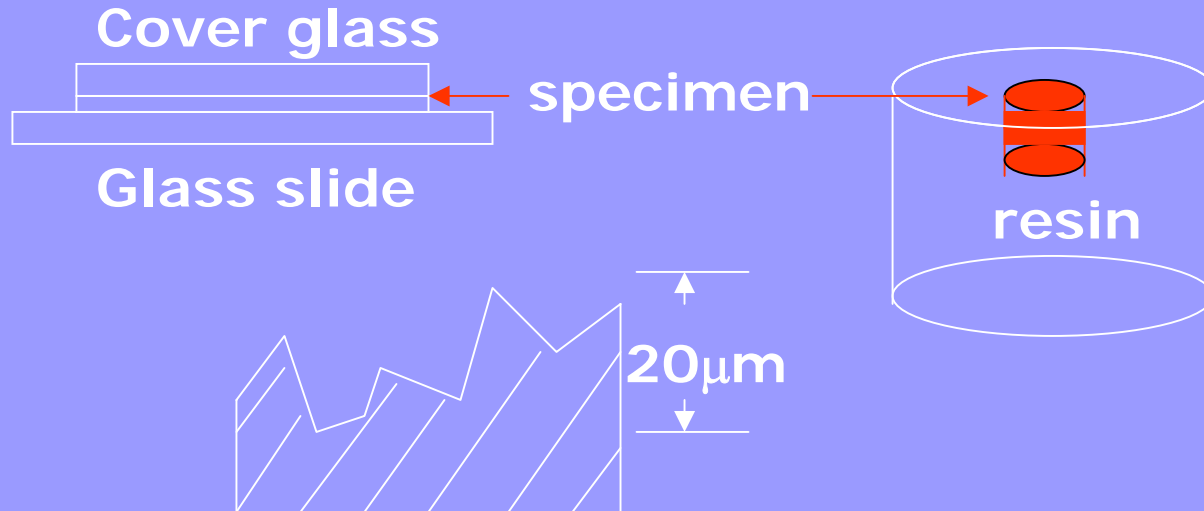
Limits of Optical Microscopy

- Small depth of field $< 15.5\mu\text{m}$

Rough surface

- Low resolution $\sim 0.2\mu\text{m}$
- Shape of specimen

Thin section or polished surface



- Lack of compositional and crystallographic information

Scanning Electron Microscopy (SEM)

- What is SEM?
- Working principles of SEM
- Major components and their functions
- Electron beam - specimen interactions
- Interaction volume and escape volume
- Magnification, resolution, depth of field and image contrast
- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)
- Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy (WDS)
- Orientation Imaging Microscopy (OIM)
- X-ray Fluorescence (XRF)

What is SEM



The SEM is designed for direct studying of the surfaces of solid objects

Cost: \$0.8-2.4M

Scanning electron microscope (SEM) is a microscope that uses **electrons** rather than **light** to form an image. There are many advantages to using the SEM instead of a OM.

Advantages of Using SEM over OM

| | Magnification | Depth of Field | Resolution |
|-----|----------------|-----------------------------|---------------|
| OM | 4x – 1000x | 15.5 μ m – 0.19 μ m | ~ 0.2 μ m |
| SEM | 10x – 3000000x | 4mm – 0.4 μ m | 1-10nm |

The SEM has a **large depth of field**, which allows a large amount of the sample to be in focus at one time and produces an image that is a good representation of the three-dimensional sample. The SEM also produces images of **high resolution**, which means that closely features can be examined at a high magnification.

The combination of **higher magnification, larger depth of field, greater resolution and compositional and crystallographic information** makes the SEM one of the most heavily used instruments in research areas and industries, especially in semiconductor industry.

Scanning Electron Microscope

– a Totally Different Imaging Concept

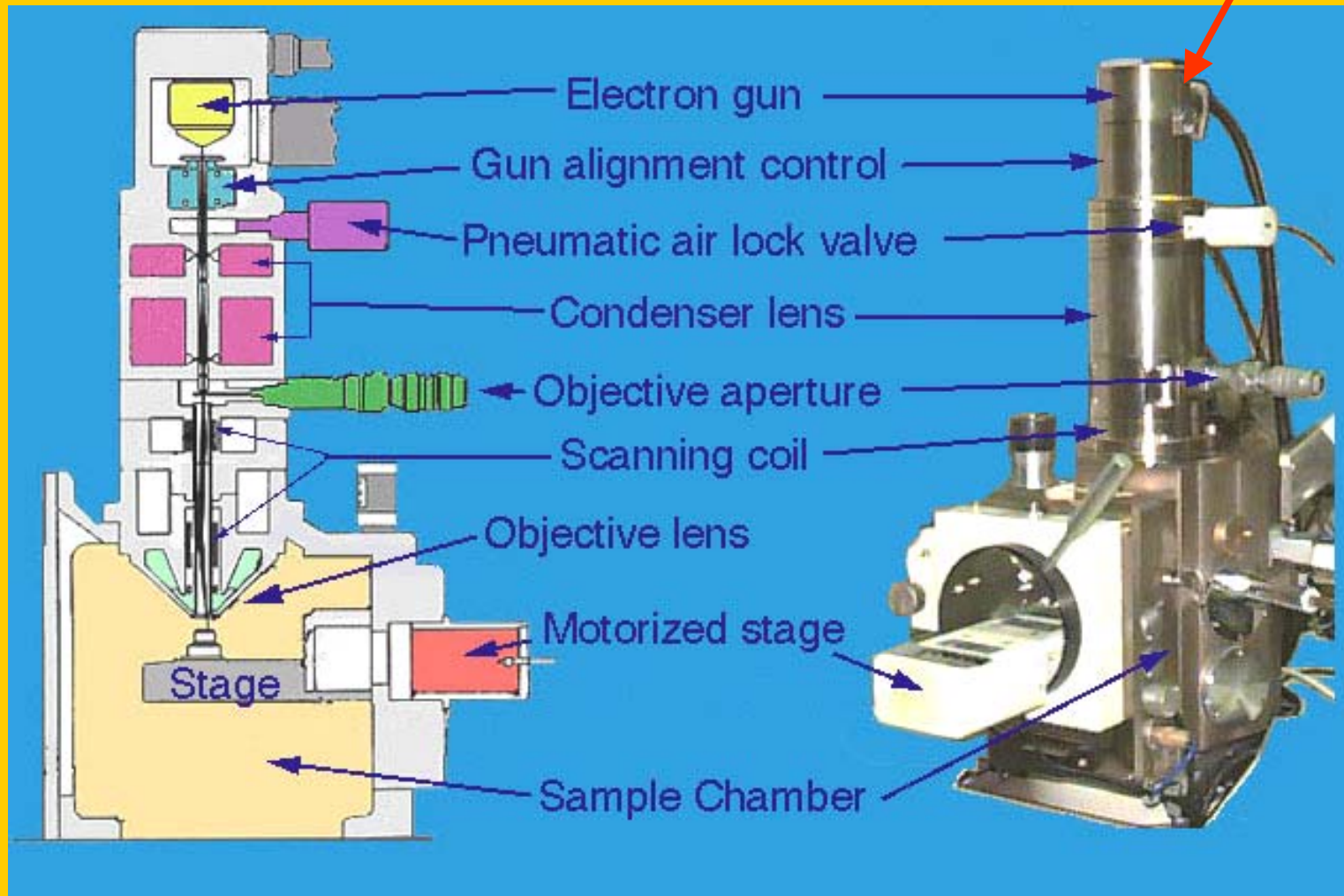
- Instead of using the full-field image, a point-to-point measurement strategy is used.
- High energy **electron beam** is used to **excite** the **specimen** and the signals are collected and analyzed so that an **image** can be **constructed**.
- The signals carry **topological**, **chemical** and **crystallographic** information, respectively, of the samples surface.

Main Applications

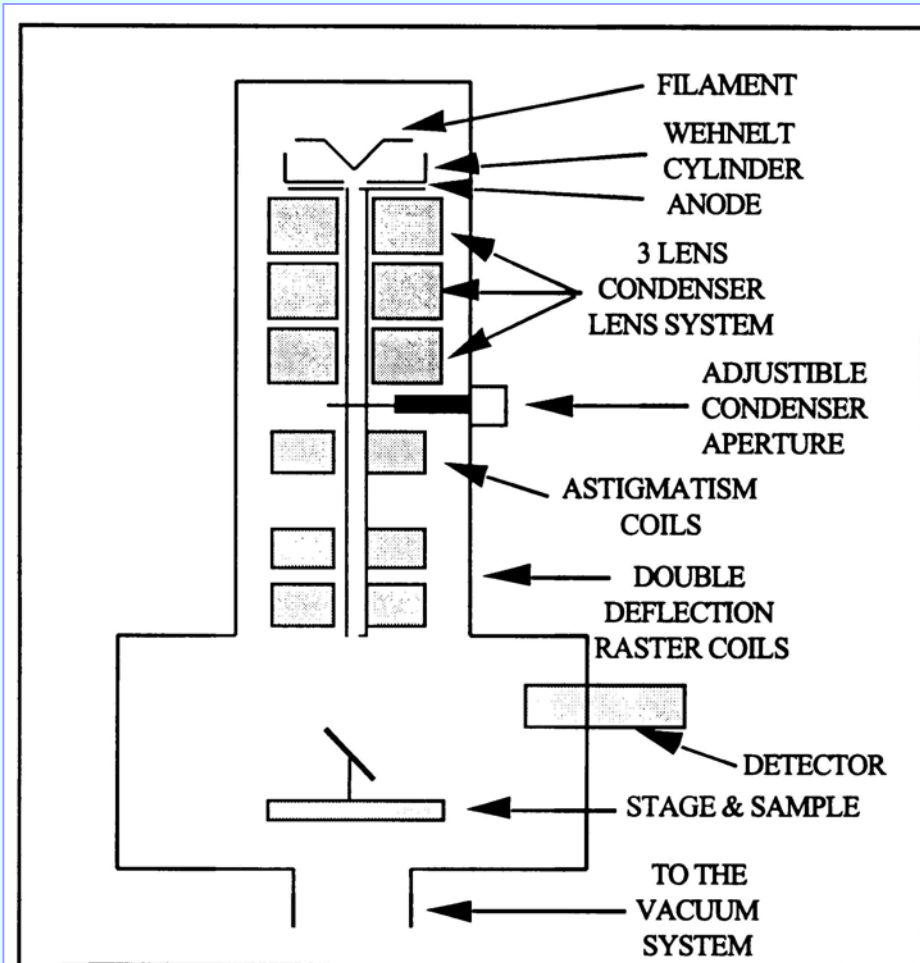
- **Topography**
 - The surface features of an object and its texture (hardness, reflectivity... etc.)
- **Morphology**
 - The shape and size of the particles making up the object (strength, defects in IC and chips...etc.)
- **Composition**
 - The elements and compounds that the object is composed of and the relative amounts of them (melting point, reactivity, hardness...etc.)
- **Crystallographic Information**
 - How the grains are arranged in the object (conductivity, electrical properties, strength...etc.)

A Look Inside the Column

Column



SEM: schema dell'apparecchio

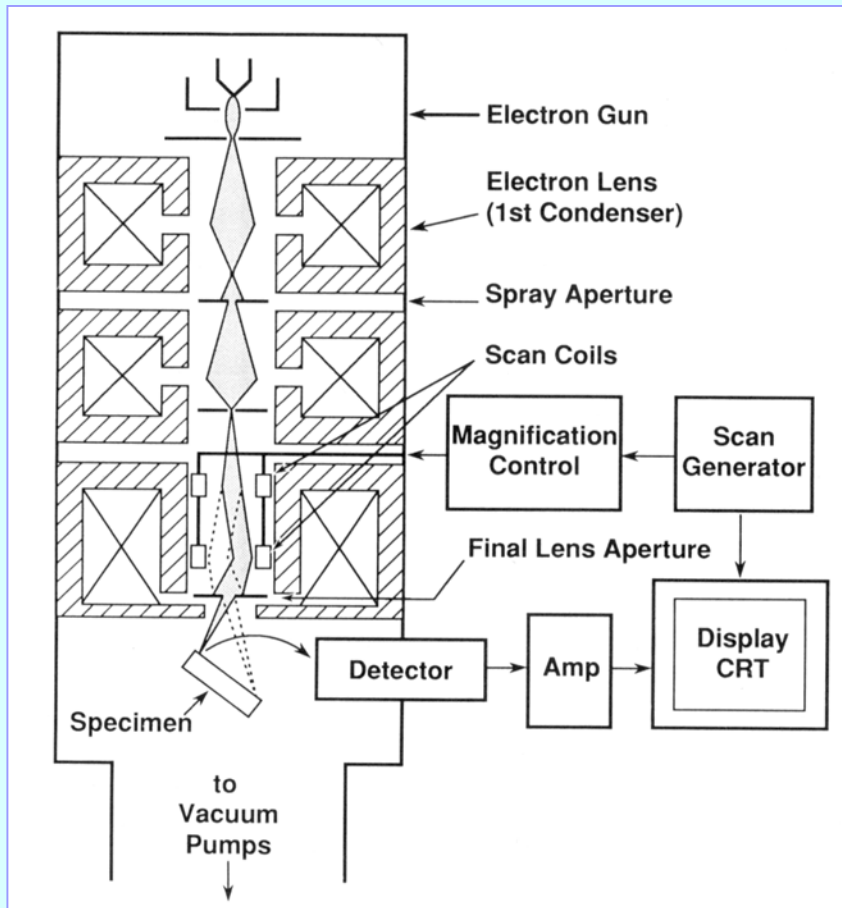


1. Sistema da vuoto. Il vuoto è necessario altrimenti il fascio elettronico verrebbe rapidamente disperso per collisione con le molecole dell'aria.

2. Sistema di generazione del fascio elettronico. Si trova in cima allo strumento e serve per generare il fascio di elettroni -detto fascio primario.

3. Sistema di manipolazione del fascio elettronico. Consiste di una serie di lenti elettromagnetiche e spirali collocate nella colonna del microscopio. Serve per controllare la dimensione, la forma e la posizione del fascio sulla superficie del campione.

SEM: schema dell'apparecchio



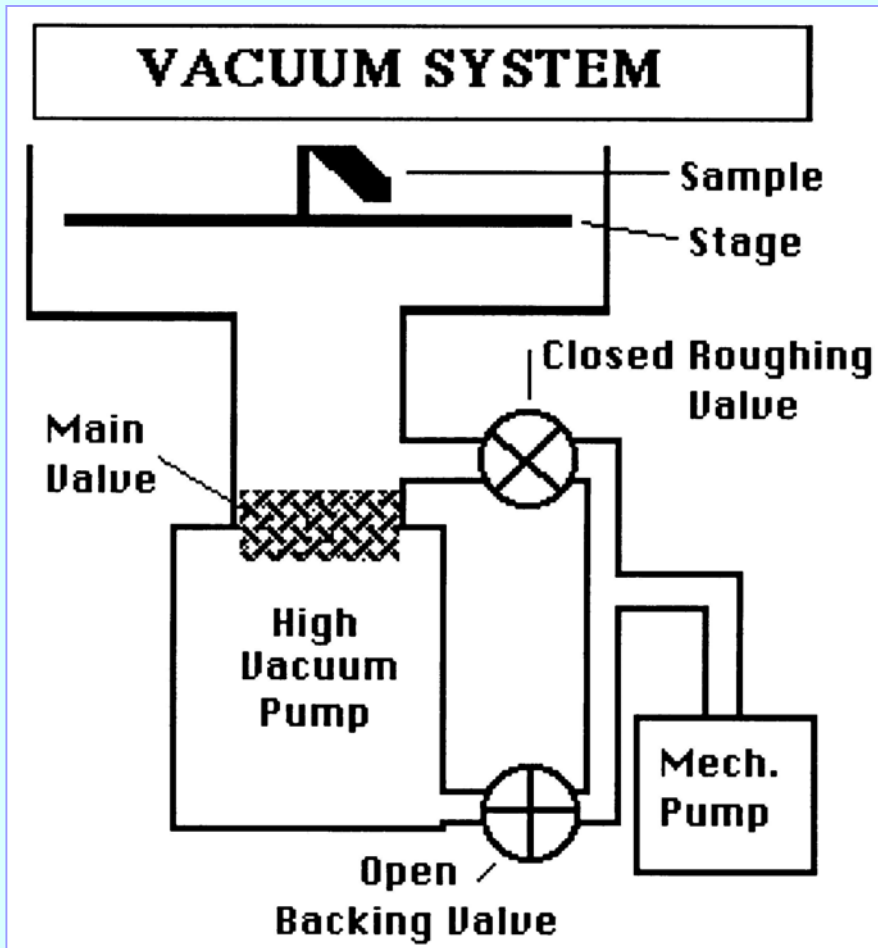
4. **Campione.** L'interazione del fascio col campione produce i vari segnali che vengono rilevati.

5. **Sistema di raccolta del segnale.** Questo sistema consiste di una serie di detectors ciascuno sensibile ad un particolare segnale emesso dal campione.

6. **Sistema di elaborazione del segnale.** E' il sistema di elaborazione elettronica del segnale che porta all'elaborazione dell'immagine.

7. **Sistema di visualizzazione e registrazione.** Il sistema di visualizzazione è generalmente un tubo catodico e quello di registrazione un apparecchio fotografico

SEM: sistema da vuoto



Il vuoto è fondamentale sia per evitare la dispersione del fascio che per permettere la sopravvivenza del sistema di generazione degli elettroni.

I microscopi elettronici a scansione necessitano in genere di un vuoto di almeno 10^{-6} torr.

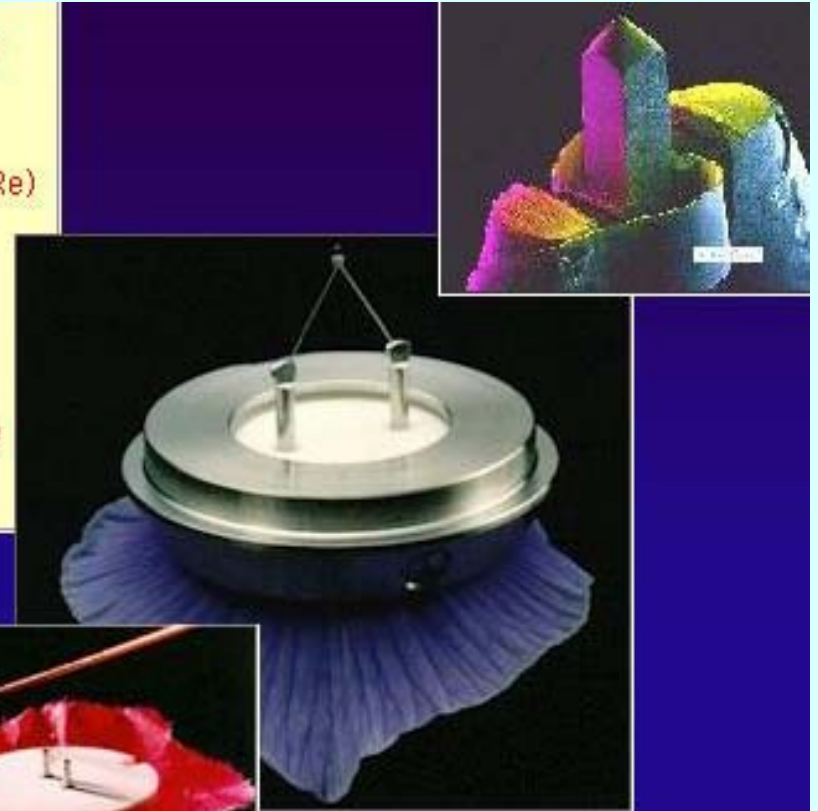
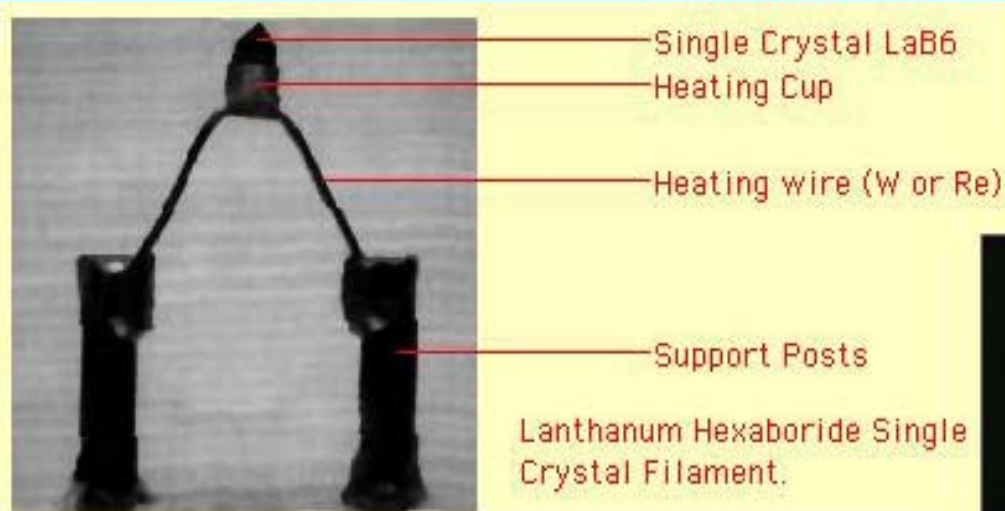
Si utilizzando a questo scopo due pompe: una pompa da basso vuoto (in genere una pompa rotativa a palette) per rimuovere circa il 99.99% dell'aria (vuoto di circa 10^{-3} torr) ed una pompa da alto vuoto (pompa a diffusione o pompa turbo) per arrivare alla pressione di lavoro.

Le due pompe lavorano secondo lo schema riportato a fianco.

How an Electron Beam is Produced?

- **Electron guns are used to produce a fine, controlled beam of electrons which are then focused at the specimen surface.**
- **The electron guns may either be thermionic gun or field-emission gun**

Electron beam Source



Electron Beam Source



SEM: generazione del fascio elettronico

Lo scopo è avere un cannone elettronico in grado di produrre una corrente elevata e stabile in un fascio elettronico molto piccolo.

Esistono tre tipo principali di sorgenti di elettroni che si distinguono per:

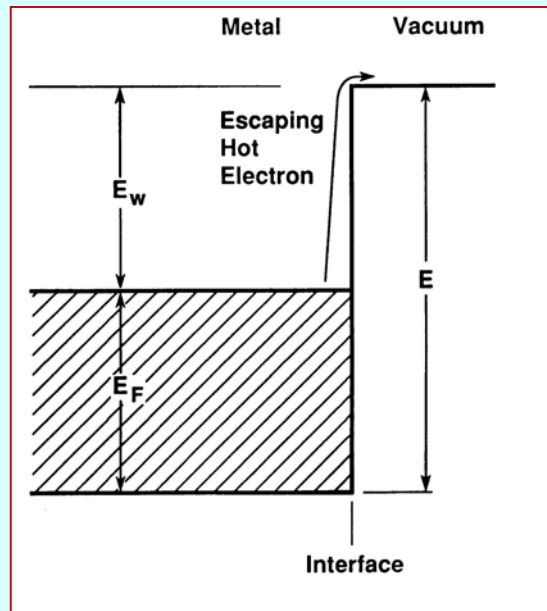
- 1) Quantità di corrente
- 2) Dimensione della sorgente
- 3) Stabilità della corrente emessa
- 4) Tempo di vita

Sorgente a filamento di tungsteno

Sorgente a monocristallo di LaB_6

Sorgente a emissione di campo

SEM: generazione del fascio elettronico

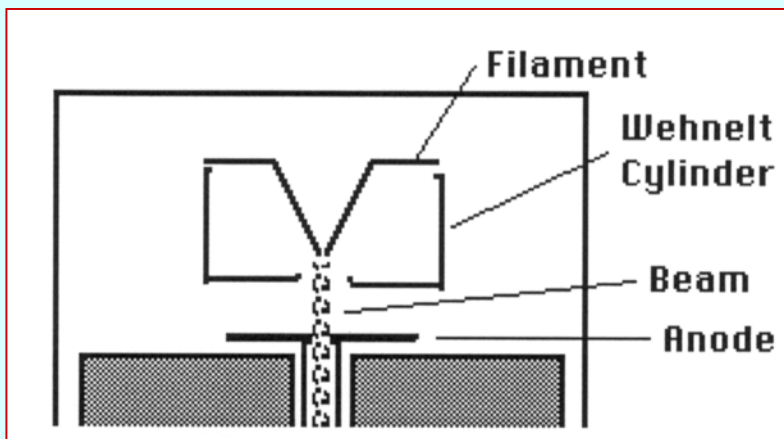


Sorgente a filamento di tungsteno

E' una sorgente a catodo caldo: gli elettroni vengono emessi dal campione per effetto termoionico. L'energia pari alla funzione lavoro (E che serve per estrarre un elettrone) viene fornita per via termica

Ci sono tre componenti :

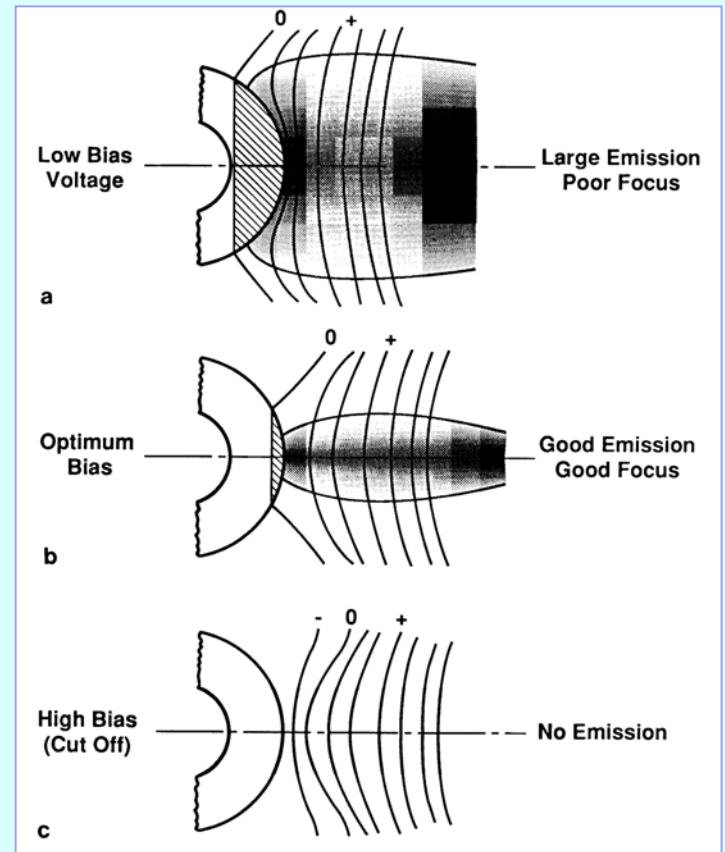
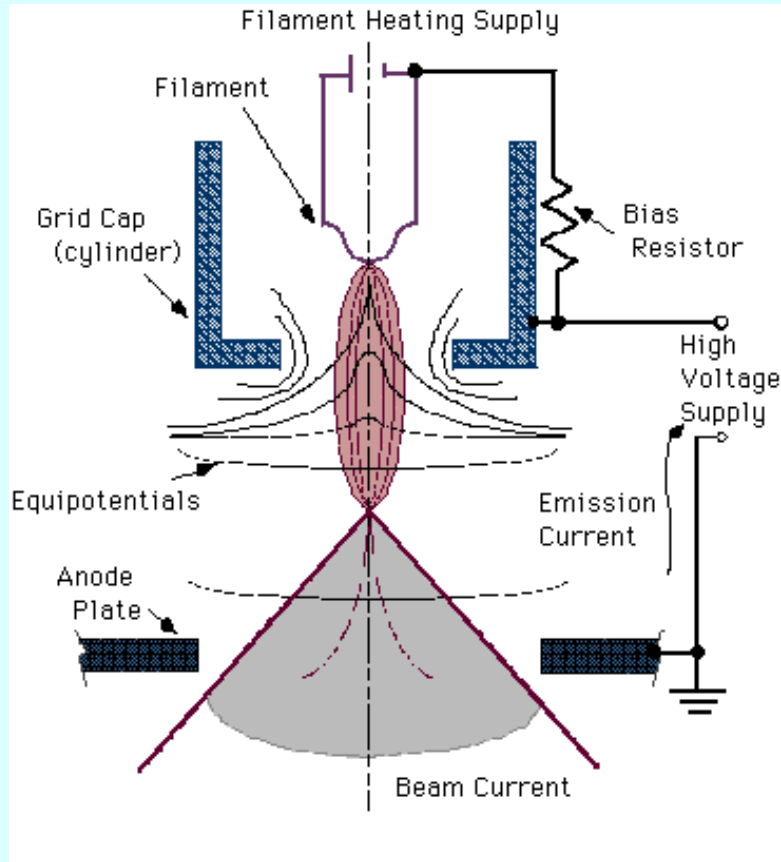
Il filamento (catodo di W): viene tenuto ad un potenziale negativo variabile tra 0.1 e 40kV



Cilindro di Wehnelt: compie una prima focalizzazione e controlla la quantità di elettroni emessi

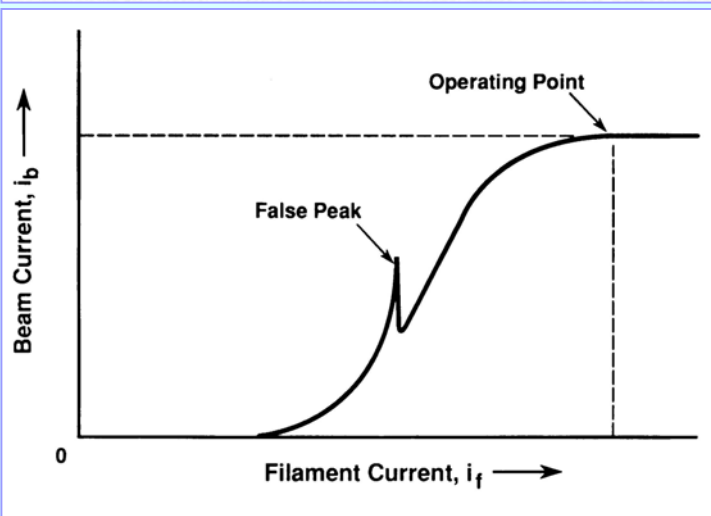
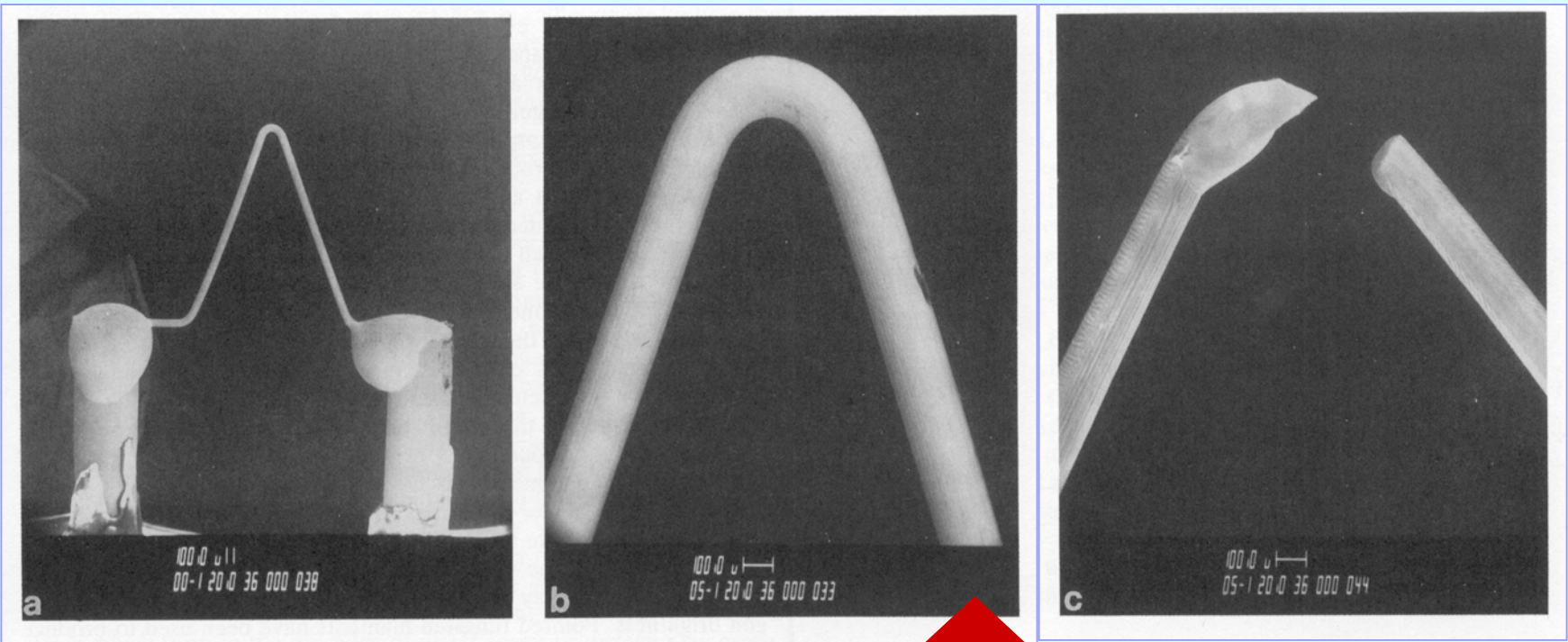
Anodo: è provvisto di un'apertura per consentire il passaggio del fascio elettronico

SEM: generazione del fascio elettronico



- A tungsten filament heated by DC to approximately 2700K or LaB₆ rod heated to around 2000K
- A vacuum of 10⁻³ Pa (10⁻⁴ Pa for LaB₆) is needed to prevent oxidation of the filament
- Electrons “boil off” from the tip of the filament
- Electrons are accelerated by an acceleration voltage of 1-50kV

SEM: generazione del fascio elettronico

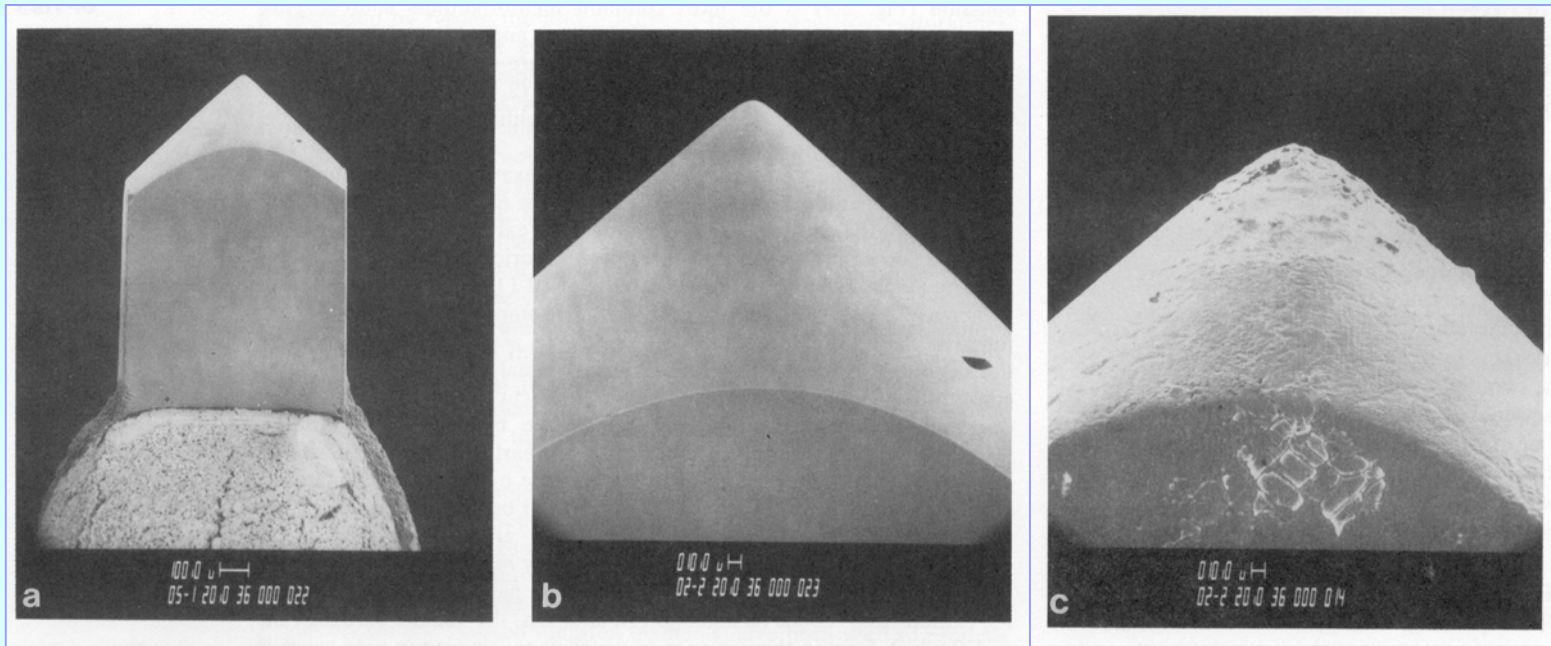


Sorgente a filamento di tungsteno

Economico: 20\$ a pezzo

Vita breve: 100h circa

SEM: generazione del fascio elettronico



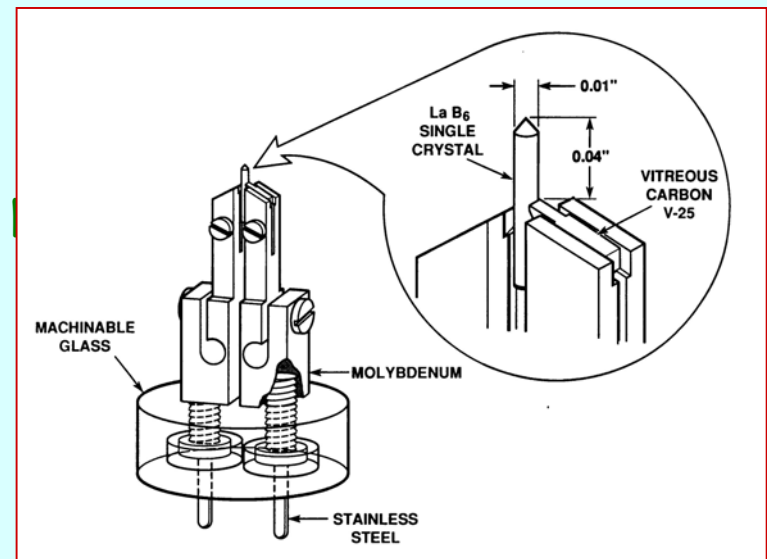
Sorgente a monocristallo di LaB_6

T di lavoro più bassa ($T=1000-1500$): fascio monocromatico (Maxwell - Boltzmann)

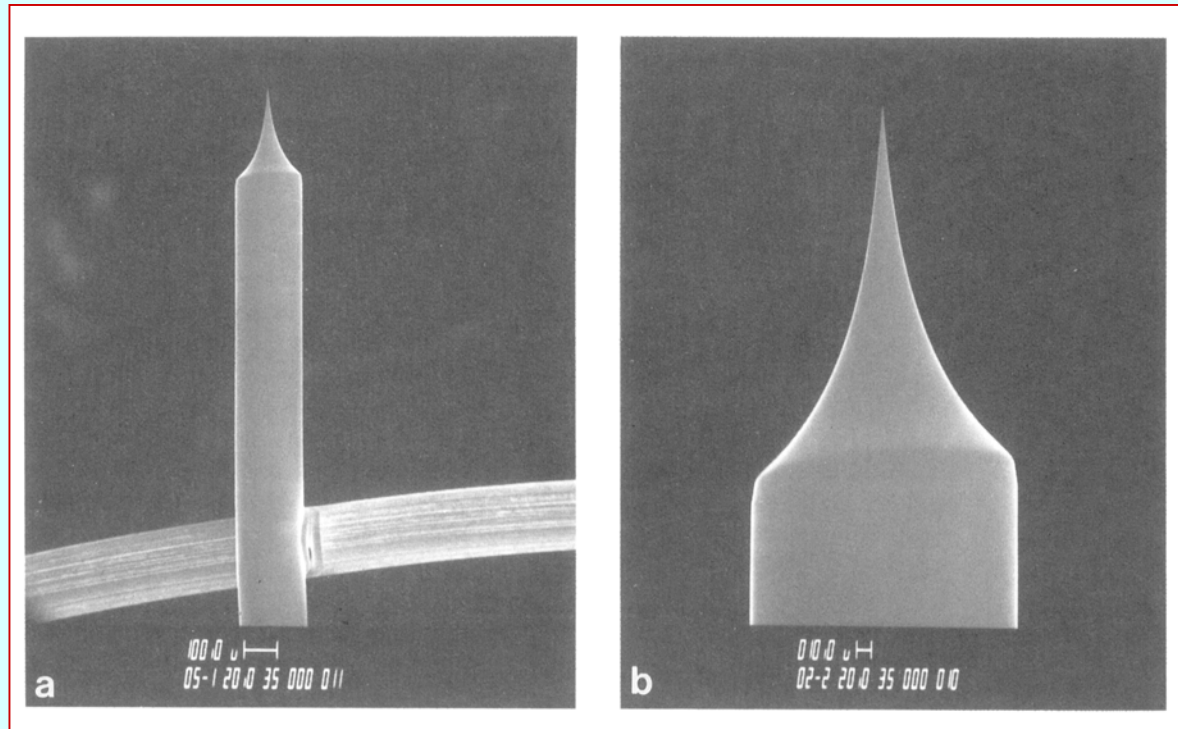
Costo elevato: 1000\$

Richiede un vuoto più spinto (almeno 10^{-6} torr)

Vita: 1000-2000h



SEM: generazione del fascio elettronico



E' una sorgente a catodo freddo: è costituito da una punta metallica così sottile da dare **effetto termoionico anche a temperatura ambiente**. Il fascio elettronico ancora più monocromatico.

Tempo di vita > 1000h

Richiede un vuoto di **almeno 10^{-7} torr** (ci vogliono pompe speciali) e una pulizia estrema della colonna.

SEM: generazione del fascio elettronico

Confronto tra le sorgenti

Electron Gun Properties

| Source | Brightness | Stability(%) | Size | Energy spread | Vacuum |
|------------------|-----------------|--------------|------------|---------------|----------------------|
| W | 3×10^5 | ~1 | 50 μ m | 3.0(eV) | 10^{-5} (τ) |
| LaB ₆ | 3×10^6 | ~2 | 5 μ m | 1.5 | 10^{-6} |
| C-FEG | 10^9 | ~5 | 5nm | 0.3 | 10^{-10} |
| T-FEG | 10^9 | <1 | 20nm | 0.7 | 10^{-9} |

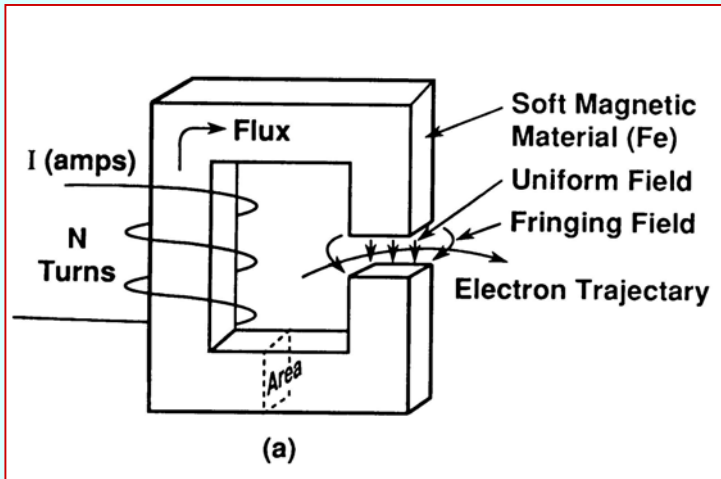
Il parametro più importante per la qualità delle immagini è la brillantezza; dipende inversamente dalle dimensioni della sorgente e dalla divergenza del fascio:

$$\beta = \frac{\textit{corrente}}{(\textit{area}) \cdot (\textit{angolodiedro})}$$

Magnetic Lenses

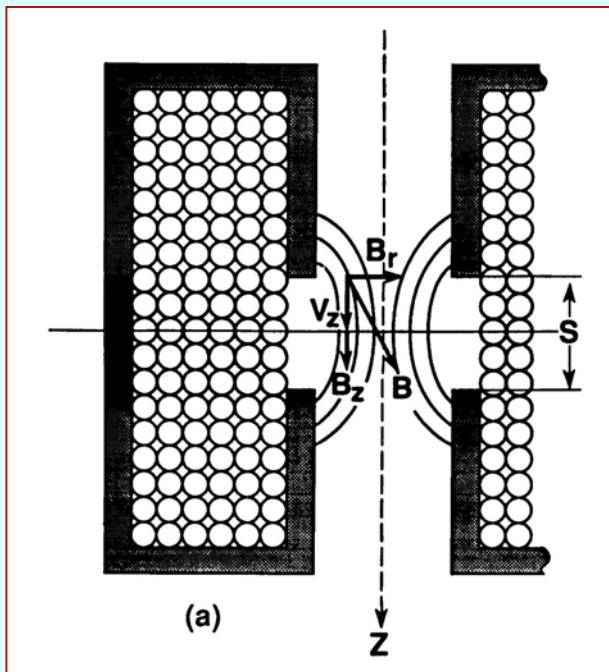
- **Condenser lens – focusing**
- determines the beam current which impinges on the sample.
- **Objective lens – final probe forming**
- determines the final spot size of the electron beam, i.e., **the resolution of a SEM.**

SEM: lenti elettromagnetiche

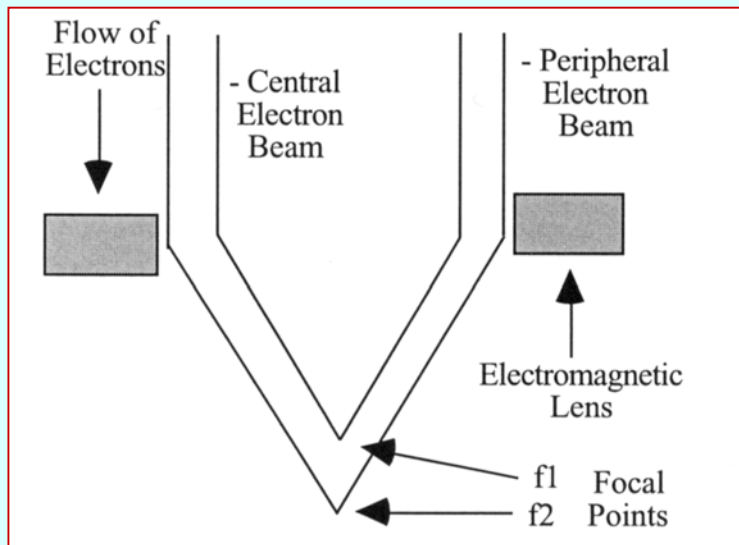
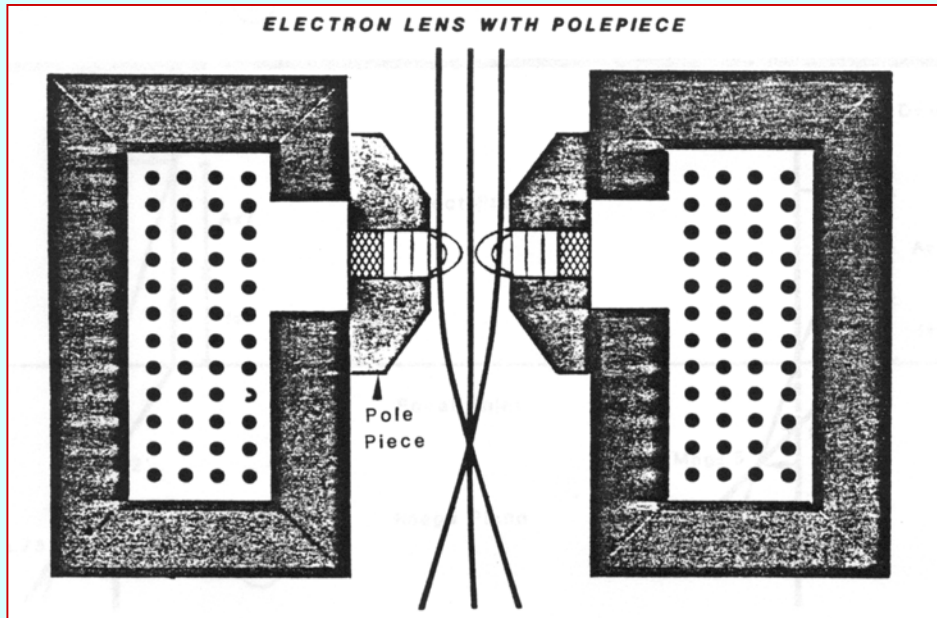


Le lenti elettromagnetiche disposte lungo la colonna del SEM servono per 3 scopi principali:

- 1) Ridurre la dimensione del pennello elettronico
- 2) Muovere il pennello elettronico sulla superficie del campione (compiere la scansione dalla quale deriva il nome della tecnica)
- 3) Correggere le aberrazioni, in particolare l'astigmatismo



Lenti focalizzanti



Generalmente sono tre; lo scopo è portare le dimensioni del pennello elettronico dai 10-100 μm alla sorgente a 1nm-1 μm sul campione. In pratica opera come un cannocchiale al contrario.

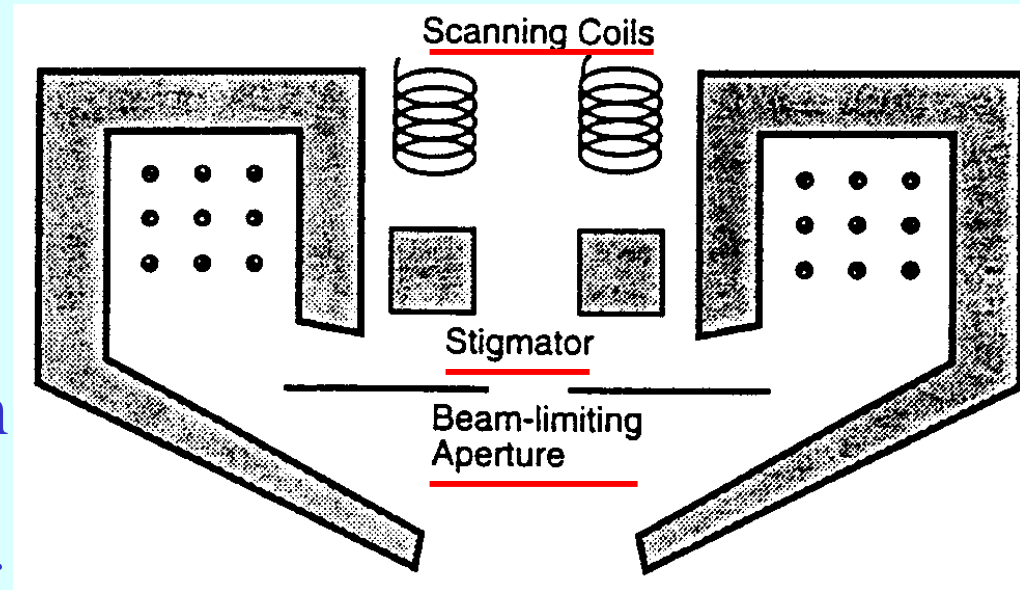
La necessità di avere uno spot piccolo sul campione è ovvia: non si possono risolvere dettagli più piccoli del pennello elettronico.

Attenzione: riducendo lo spot si riduce anche il segnale. Conseguentemente avremo immagini più rumorose.

Le lenti elettromagnetiche introducono esse stesse delle aberrazioni: sono molto meno efficaci delle lenti ottiche (vedi a fianco)

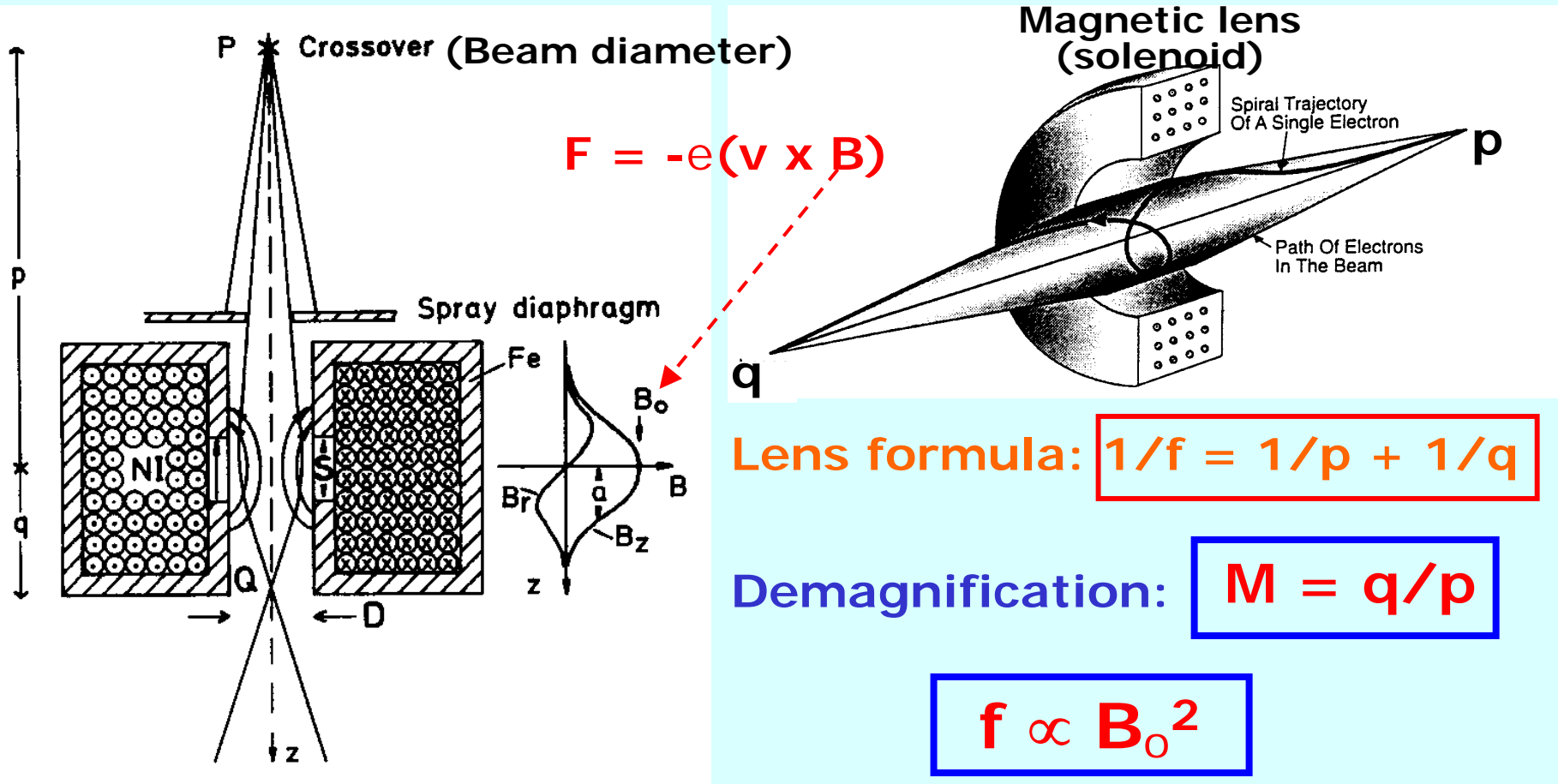
The Objective Lens

- The objective lens controls the **final focus** of the electron beam by changing the magnetic field strength
- The cross-over image is finally demagnified to an **~10nm** beam spot which carries a beam current of approximately **10^{-9} - 10^{-12} A**.



How Is Electron Beam Focused?

A magnetic lens is a solenoid designed to produce a specific magnetic flux distribution.

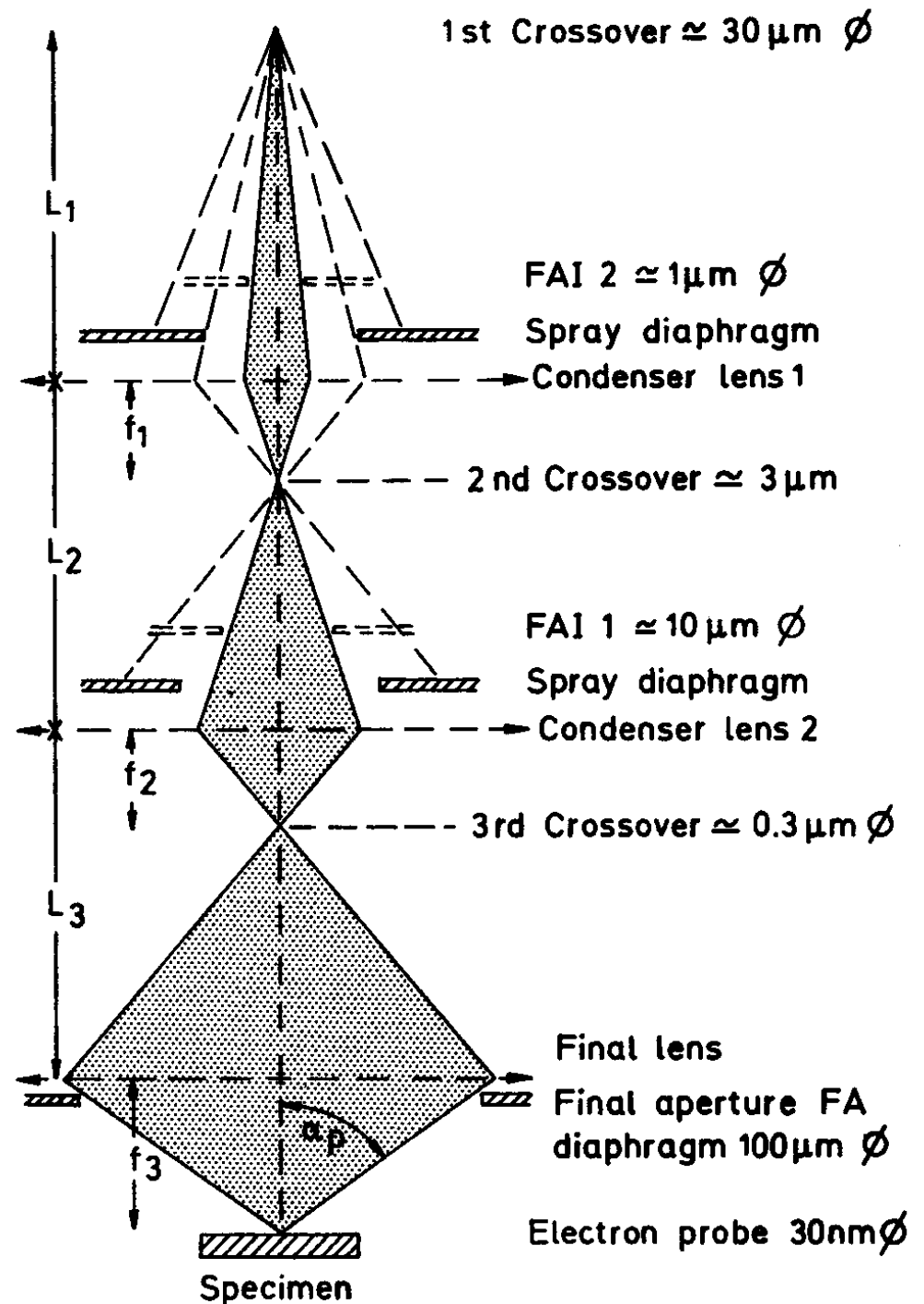


f can be adjusted by changing B_0 , i.e., changing the current through coil.

The Condenser Lens

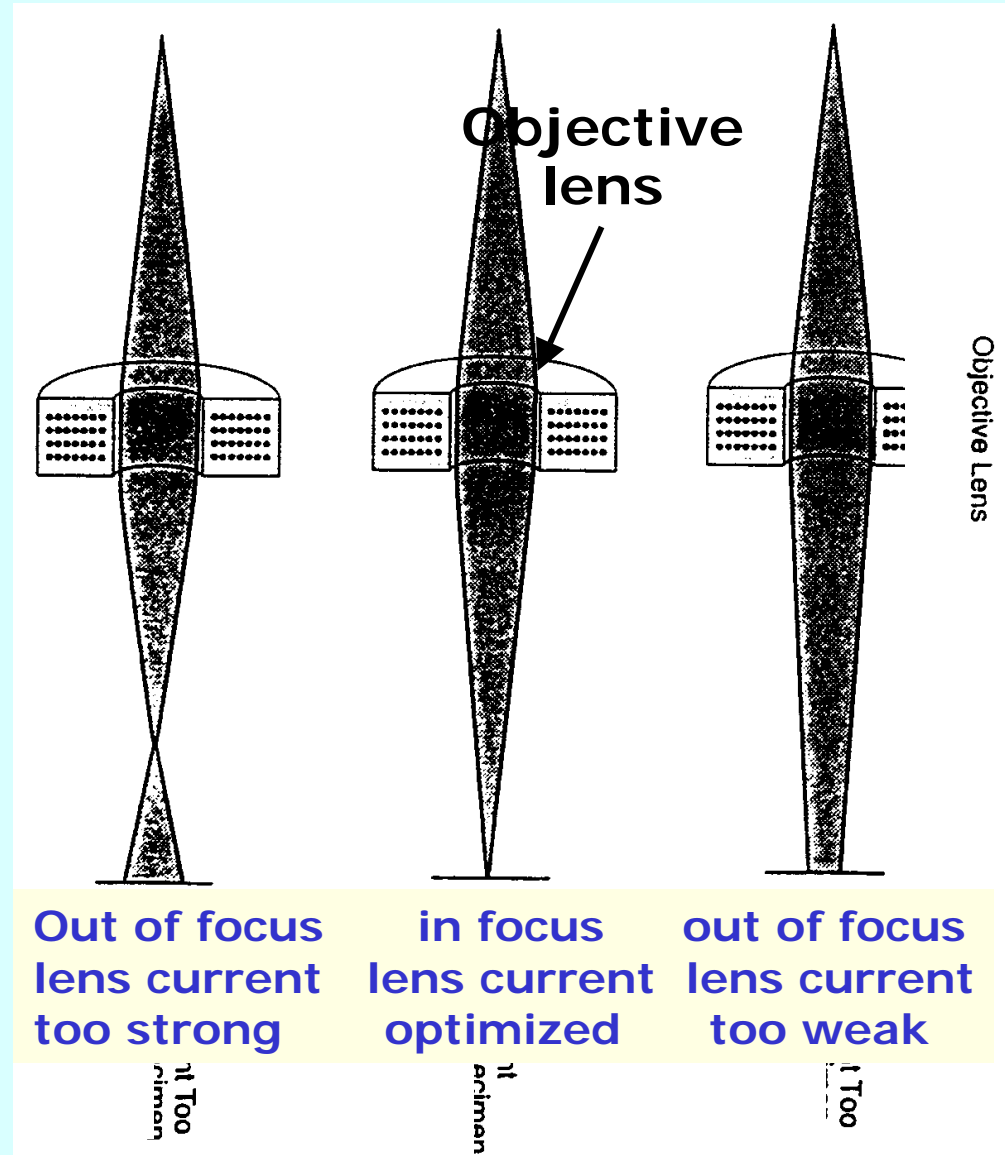
Demagnification:

$$M = f/L$$

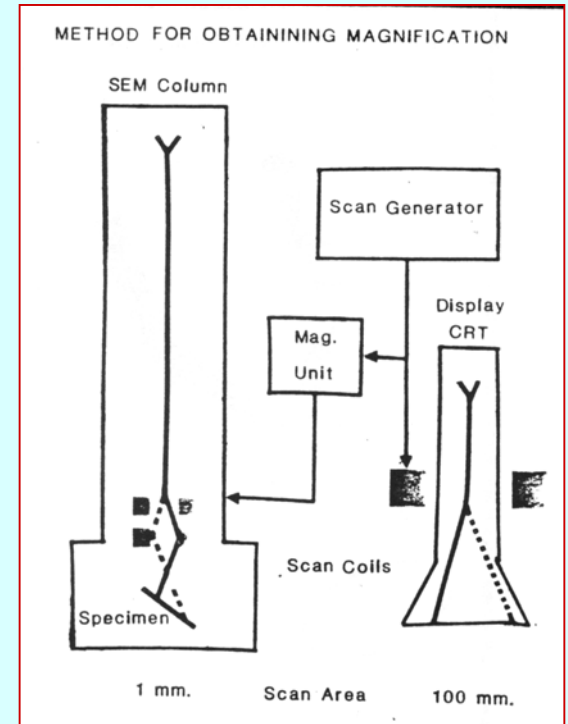
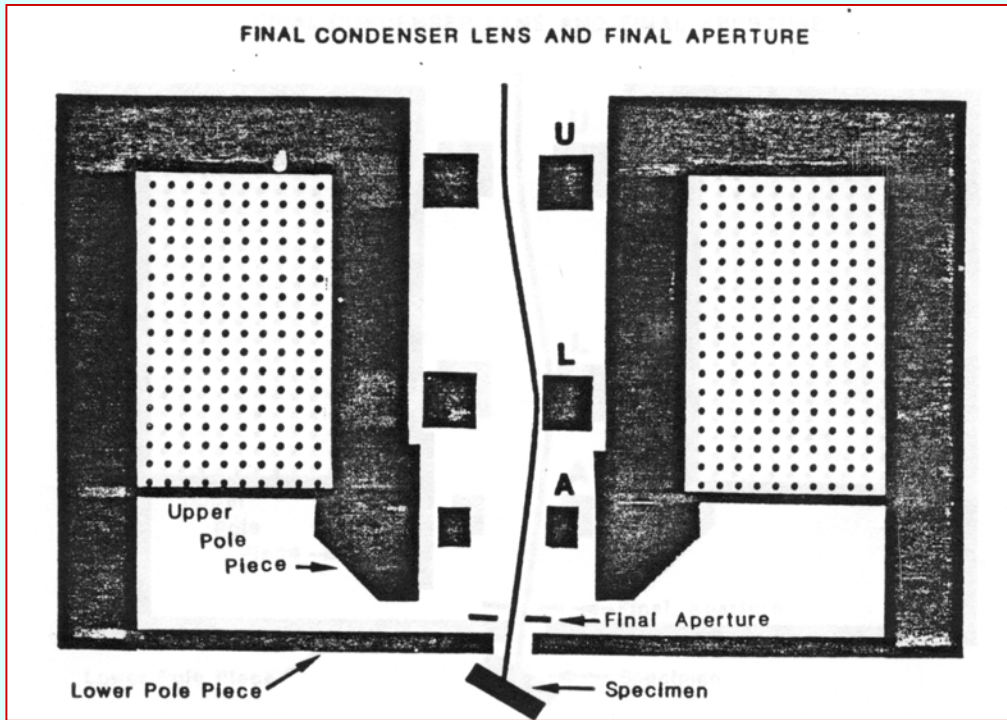


The Objective Lens - Focusing

- By changing the current in the objective lens, the magnetic field strength changes and therefore the **focal length** of the objective lens is changed.



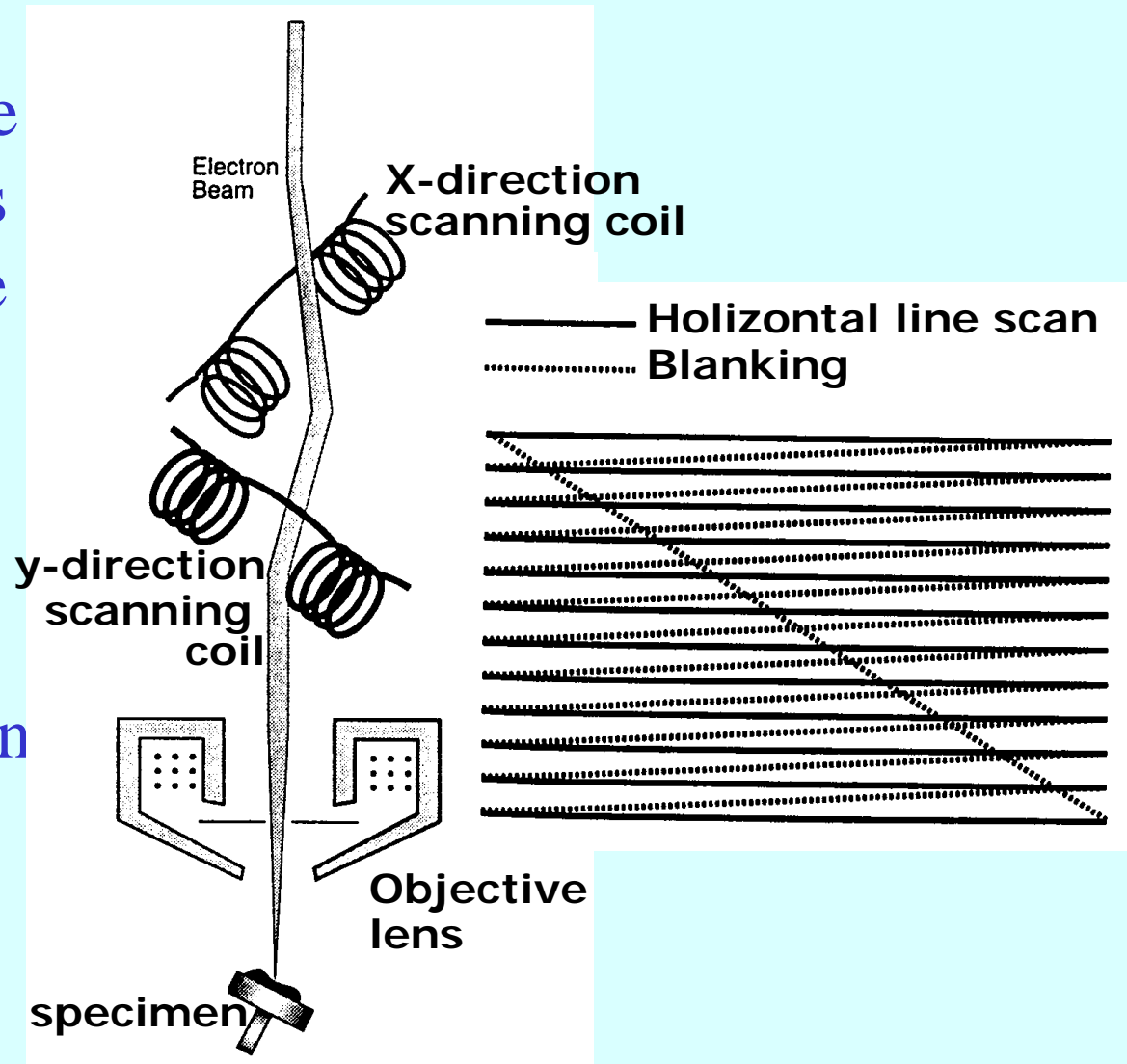
Lenti finali



Quando il fascio passa nel condensatore finale, due spire magnetiche permettono la scansione del fascio nelle direzioni X e Y. La scansione del fascio spazzola un'area quadrata partendo dall'angolo in alto a sinistra e andando prima verso destra e poi saltando alla riga sotto.

The Scan Coil and Raster Pattern

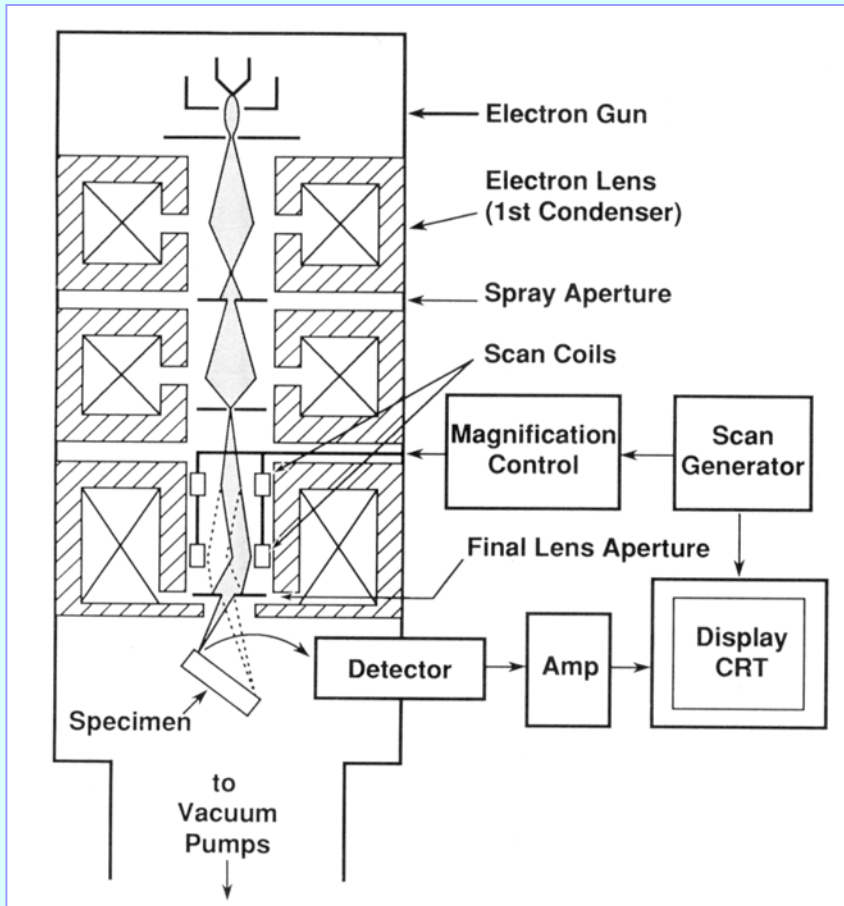
- Two sets of coils are used for scanning the electron beam across the specimen surface in a **raster** pattern similar to that on a TV screen.
- This effectively samples the specimen surface **point by point** over the scanned area.



Lenti finali

La scansione determina anche l'ingrandimento che non è altro che il rapporto tra la dimensione del tubo a raggi catodici e quella della superficie scansionata.

L'ultima lente serve per focalizzare il fascio sulla superficie del campione

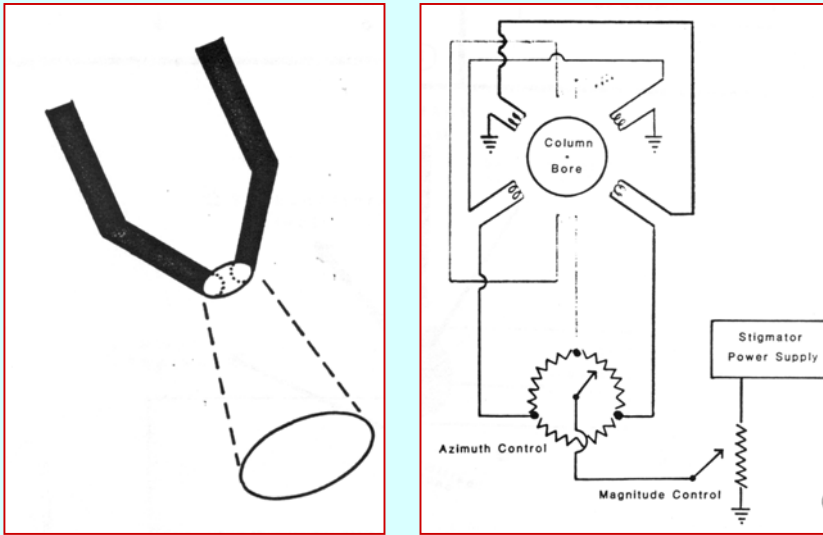


Alternativamente le dimensioni dell'area scansionata e la messa a fuoco possono essere fatte agendo direttamente sull'asse Z, spostando la posizione del campione

The Objective Lens - Stigmator

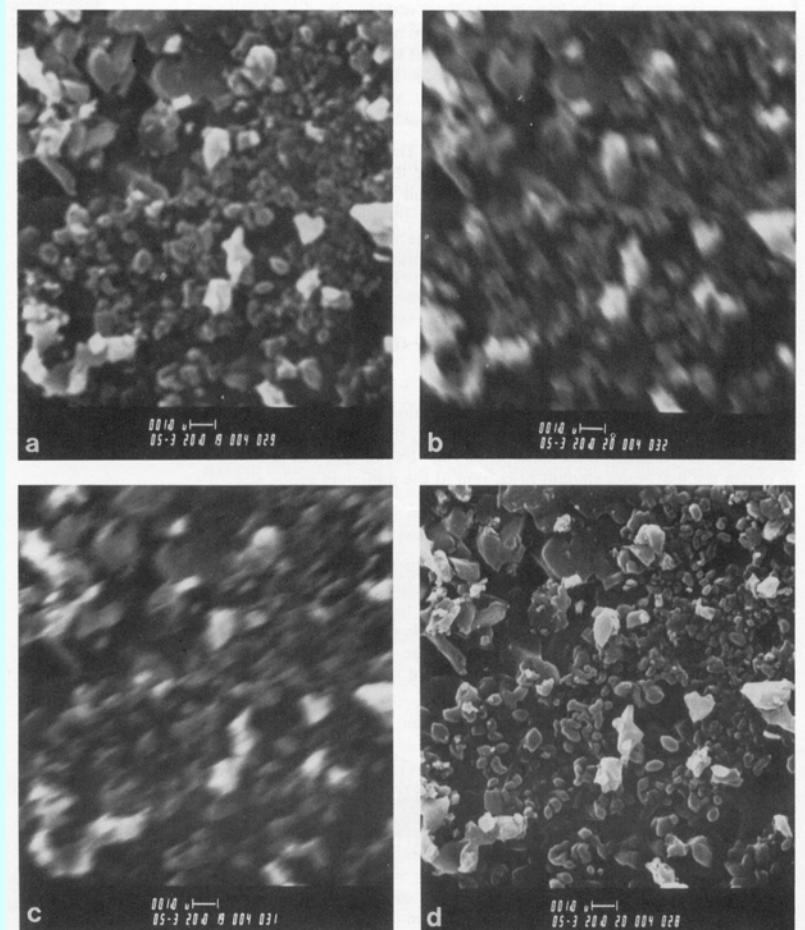
- The objective lens is machined to very high precision and the magnetic field pattern is very carefully designed.
- However, the precision attainable by machining cannot match that required for controlling a beam with $\text{Ø}10$ nm
- The **stigmator**, which consist of two pairs of pole-pieces arranged in the X and Y directions, is added to correct the **minor imperfections** in the objective lens.

Lenti per la correzione dell'astigmatismo

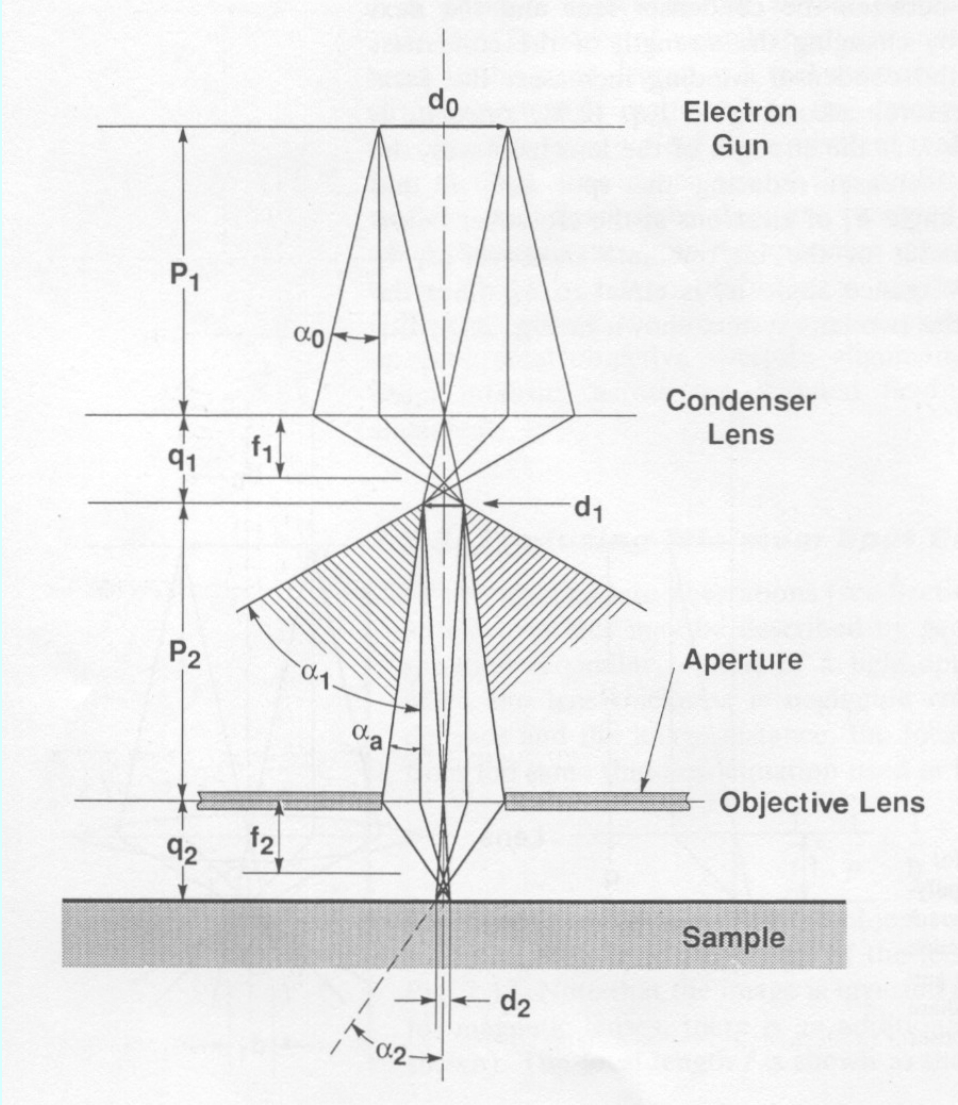


Il filamento di W genera uno spot ellittico. Il sistema non riesce a mettere a fuoco nello stesso modo nelle due direzioni e si dice astigmatico.

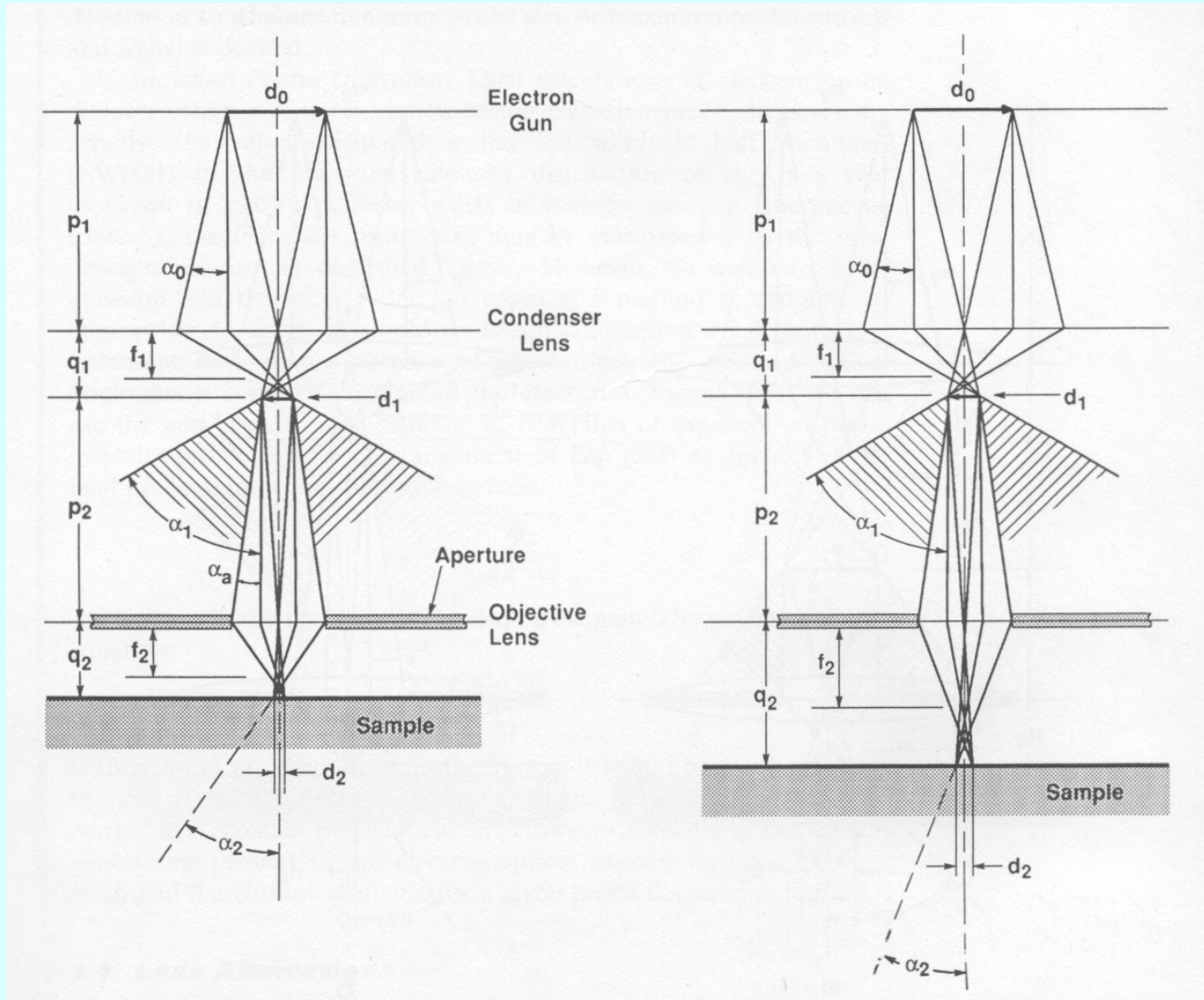
L'astigmatismo causa grossi problemi di visualizzazione dell'immagine e viene corretto utilizzando una serie di lenti elettromagnetiche disposte attorno alla direzione del fascio e lo rendono più "circolare"



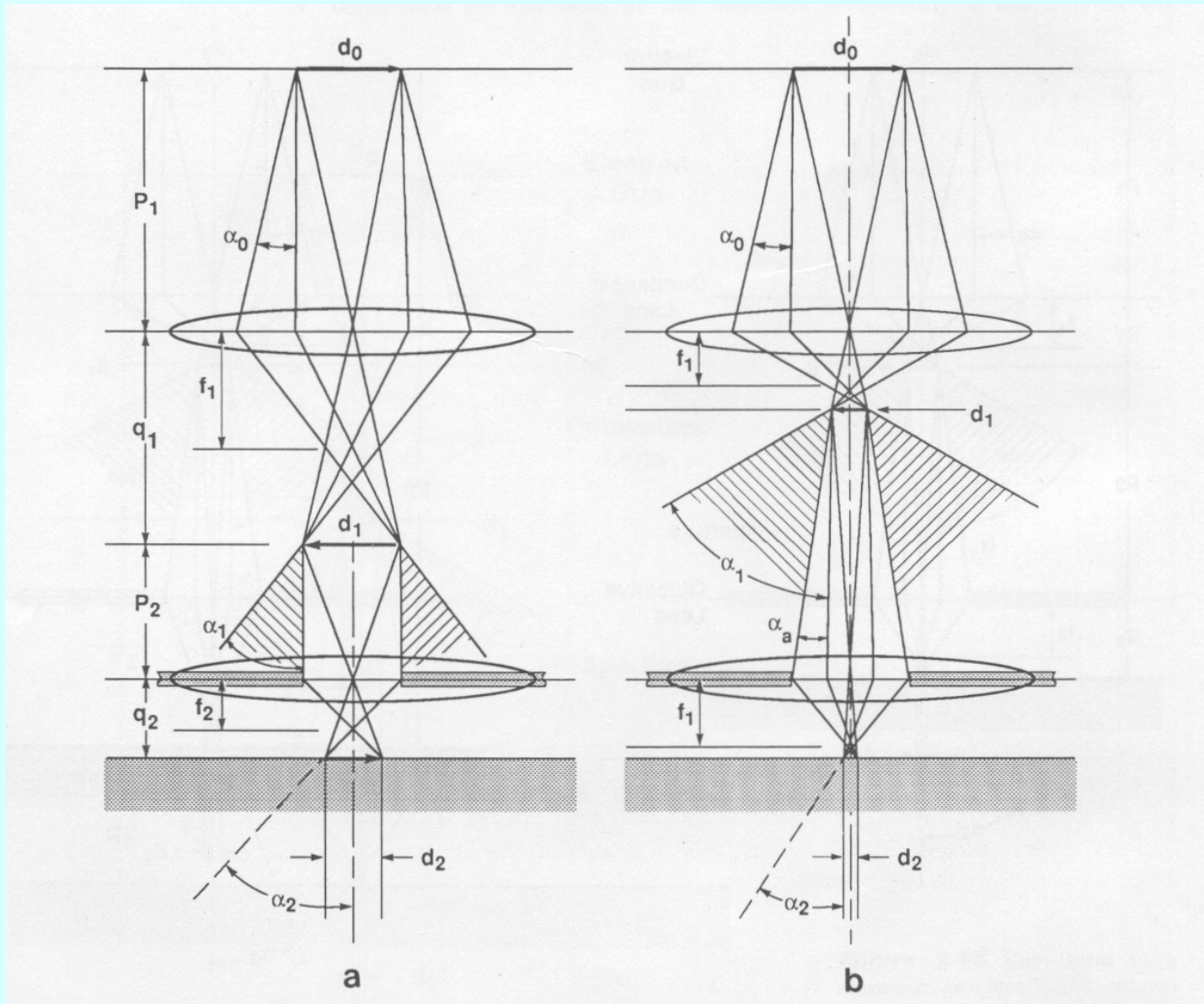
The Objective Lens – The Aperture



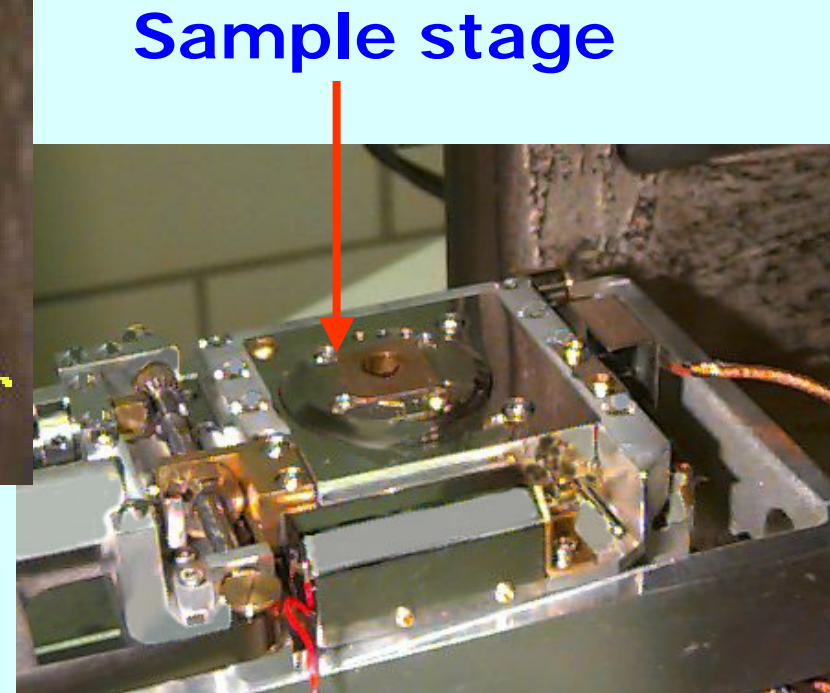
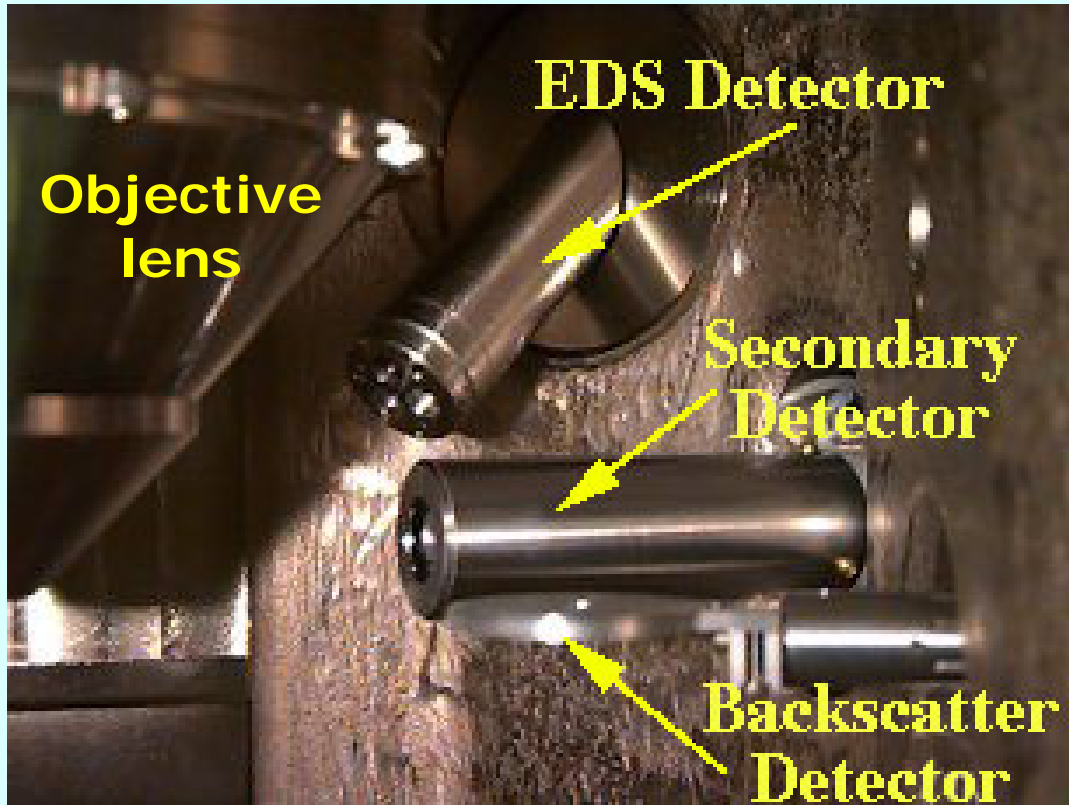
The Objective Lens – The working distance



Condenser lens strength



Electron Detectors and Sample Stage



Scanning Electron Microscopy (SEM)

- What is SEM?
- Working principles of SEM
- Major components and their functions
- Electron beam - specimen interactions
- Interaction volume and escape volume
- Magnification, resolution, depth of field and image contrast
- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS)
- Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy (WDS)
- Orientation Imaging Microscopy (OIM)
- X-ray Fluorescence (XRF)

Interazione campione-fascio elettronico

Scattering elastico

Elettroni retrodiffusi (BSE)

Scattering anelastico

Fononi

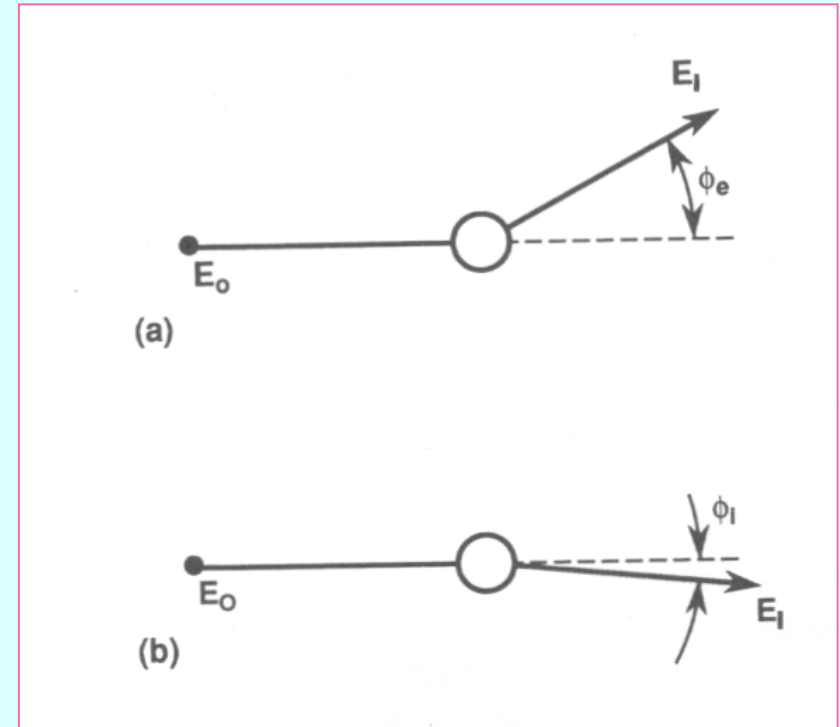
Plasmoni

Elettroni secondari

RX

Elettroni Auger

.....

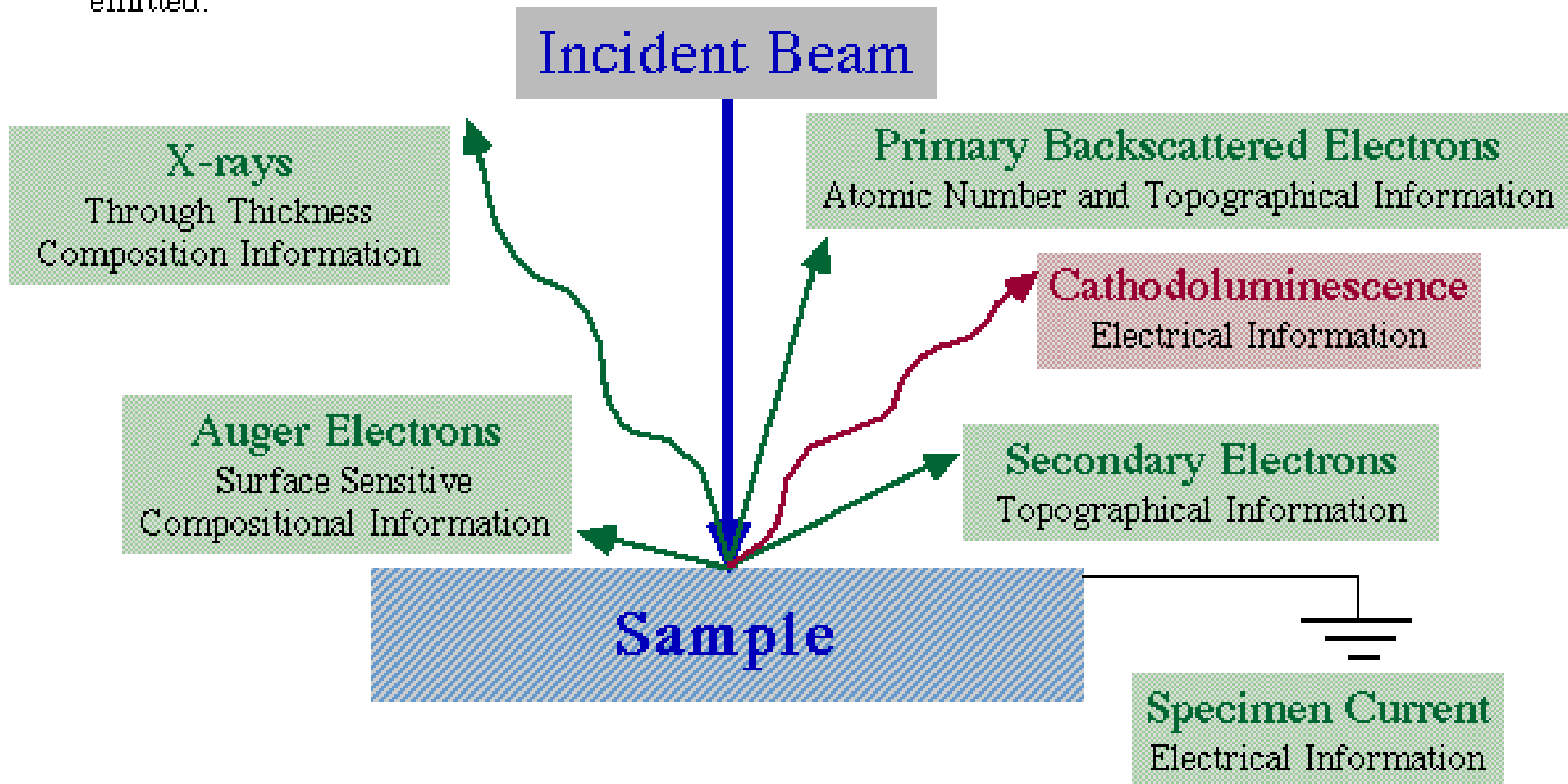


Interazione campione-fascio elettronico

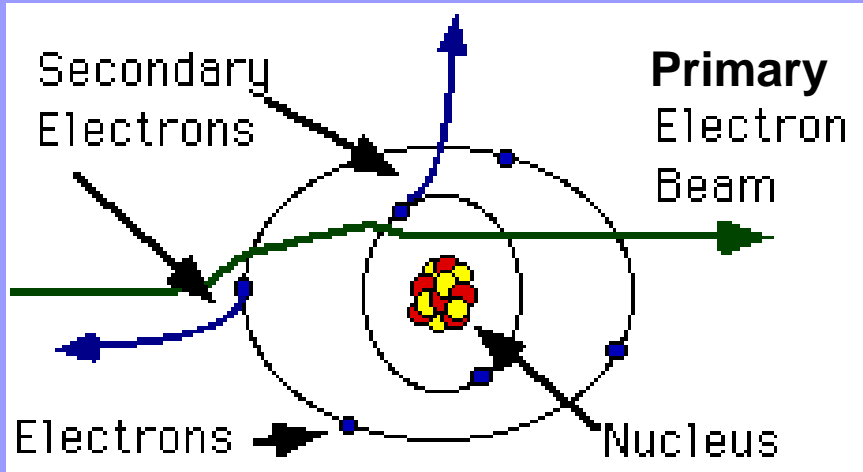
SEM Setup

Electron/Specimen Interactions

When the electron beam strikes the sample, both **photon** and **electron** signals are emitted.



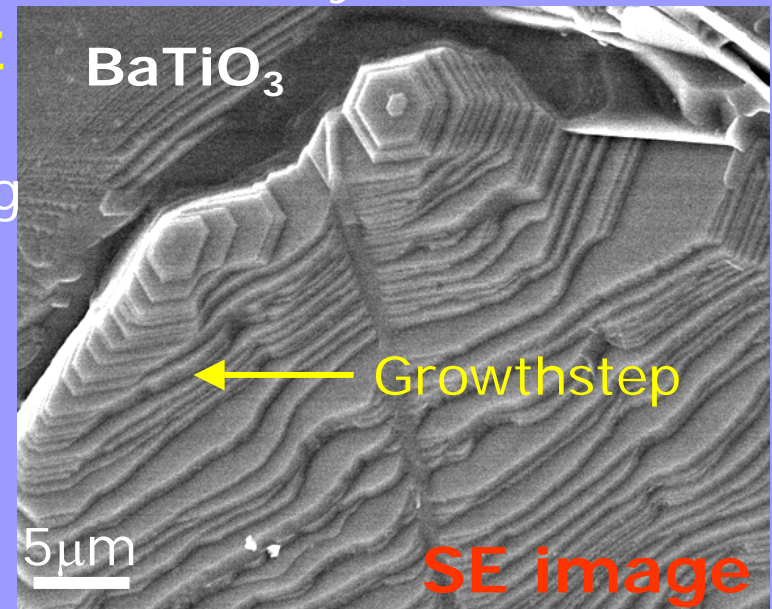
Secondary Electrons (SE)



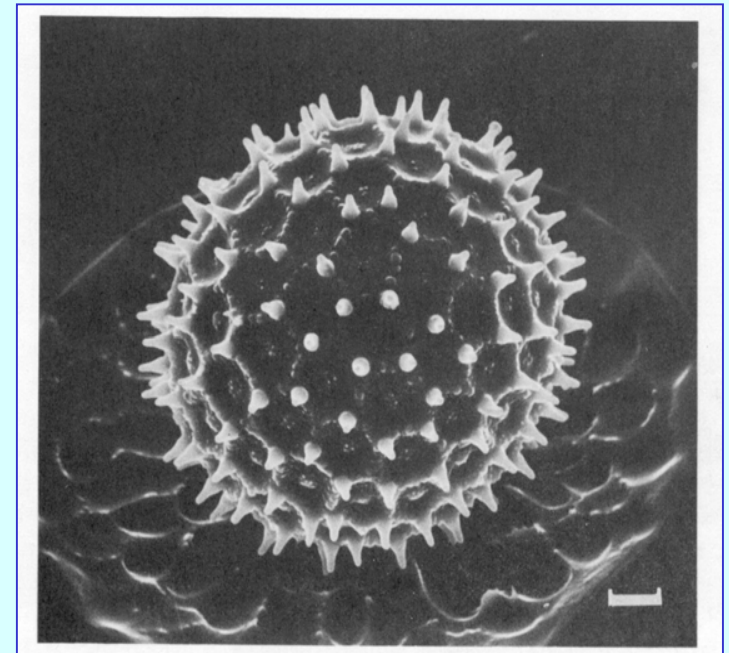
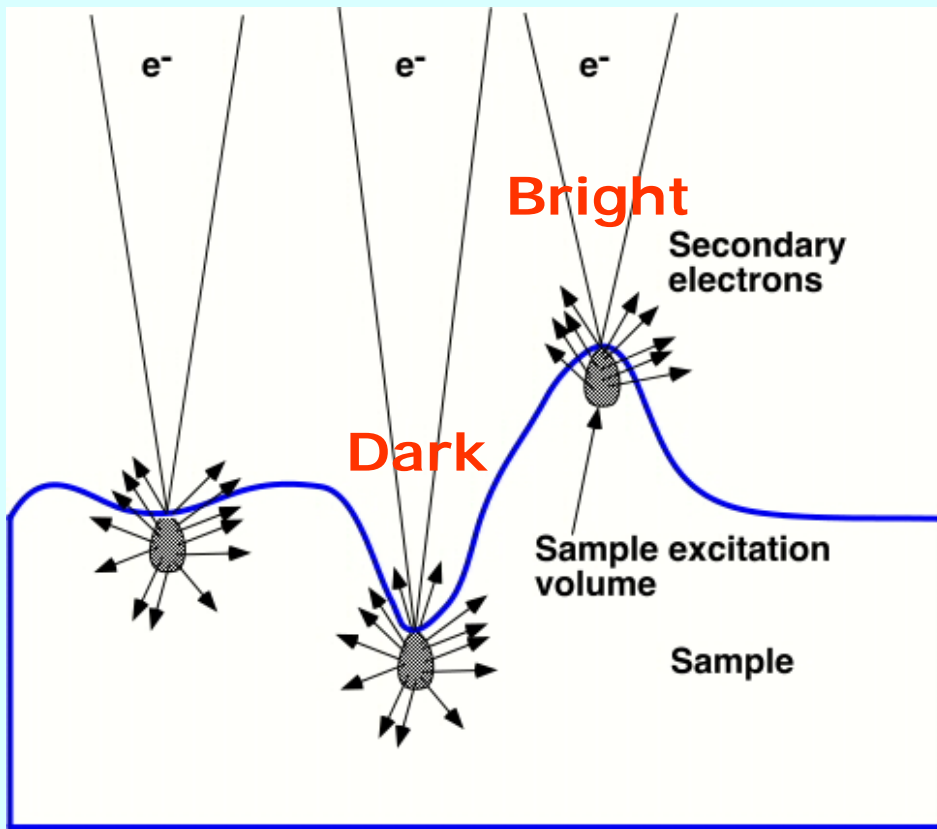
Produced by **inelastic** interactions of high energy electrons with valence (or conduction) electrons of atoms in the specimen, causing the ejection of the electrons from the atoms. These ejected electrons with energy less than **50eV** are termed "secondary electrons". Each incident electron can produce several secondary electrons.

SE yield: $\delta = n_{SE}/n_B$ independent of **Z**
 δ decreases with increasing beam energy and increases with decreasing glancing angle of incident beam

Production of SE is very **topography** related. Due to their low energy, only SE that are very near the surface (**<10nm**) can exit the sample and be examined (**small escape depth**).

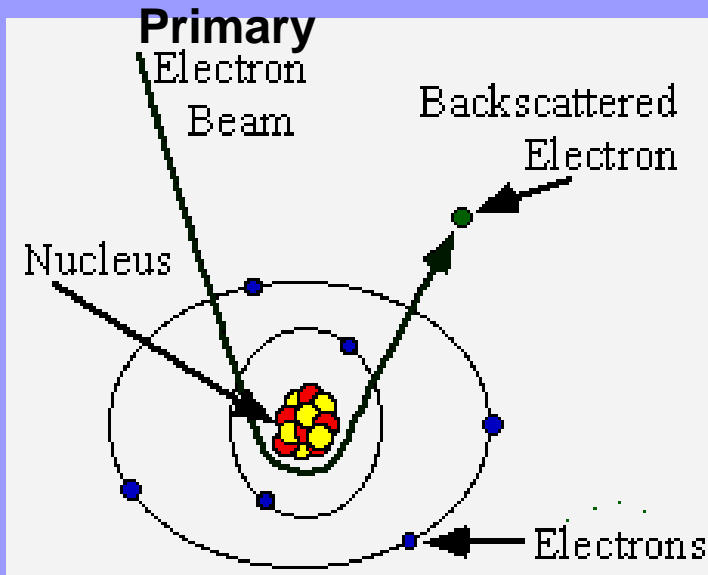


Topographical Contrast



Topographic contrast arises because SE generation depend on the angle of incidence between the beam and sample.

Backscattered Electrons (BSE)



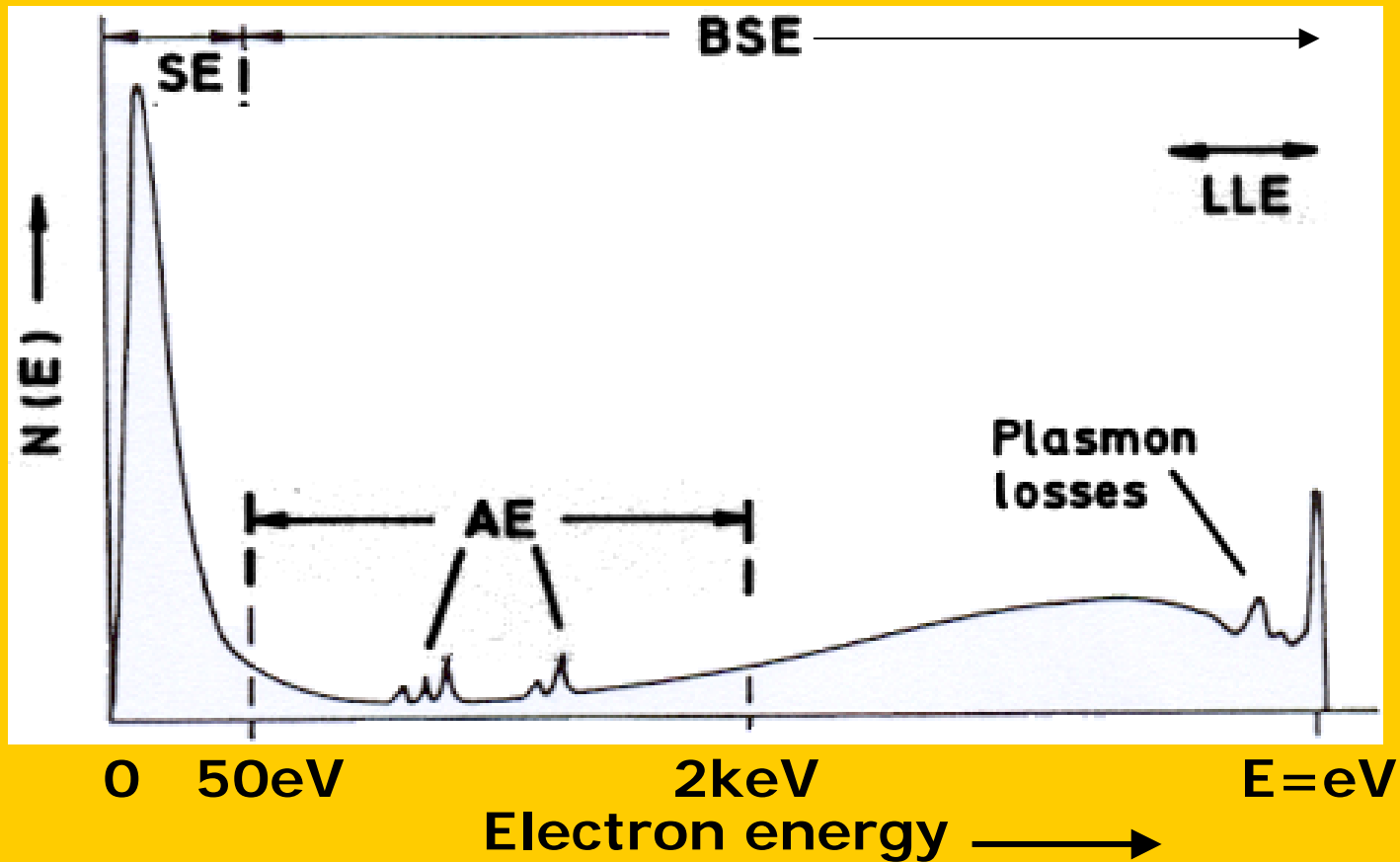
BSE image from flat surface of an Al ($Z=13$) and Cu ($Z=29$) alloy

BSE are produced by **elastic interactions** of beam electrons with nuclei of atoms in the specimen and they have **high energy** and **large escape depth**.

BSE yield: $\eta = n_{BS}/n_B \sim$ function of atomic number, **Z**

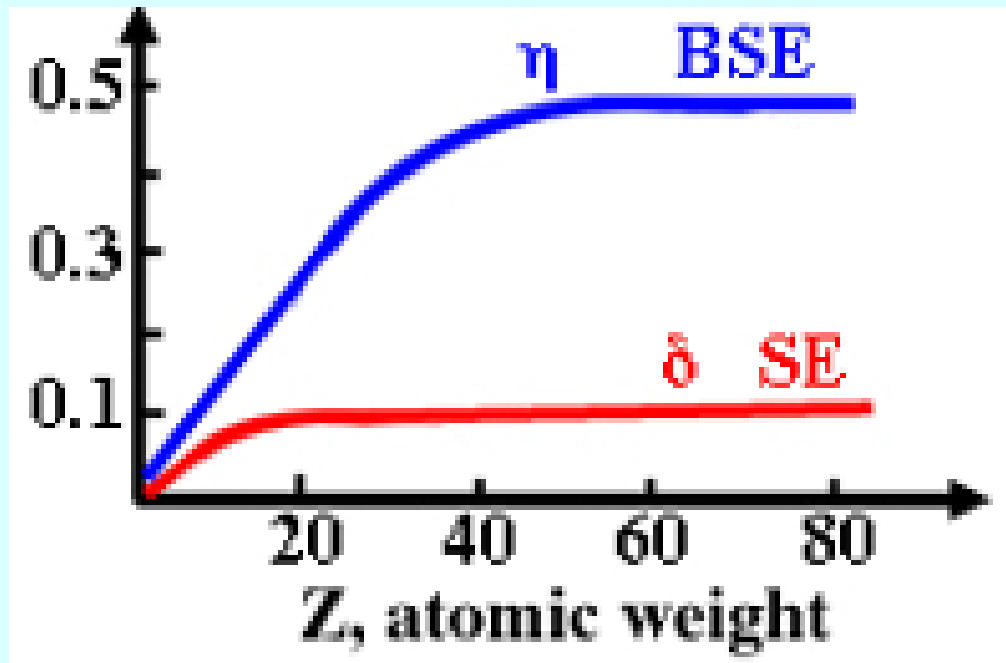
BSE images show characteristics of **atomic number contrast**, i.e., high average Z appear brighter than those of low average Z. η increases with **tilt**.

Schematic Electron Spectrum of Emitted Electrons



$$E_{SE} \leq 50\text{eV} \text{ and } E_{BSE} > 50\text{eV}$$

Effect of Atomic Number, Z , on BSE and SE Yield



Interazione campione-fascio elettronico

Elettroni retrodiffusi (Backscattered Electrons - BSE)

Sono generati dallo scattering elastico degli elettroni che rimbalzano indietro dal campione senza attraversarlo. Hanno un'energia elevata, prossima a quella degli elettroni del fascio primario.

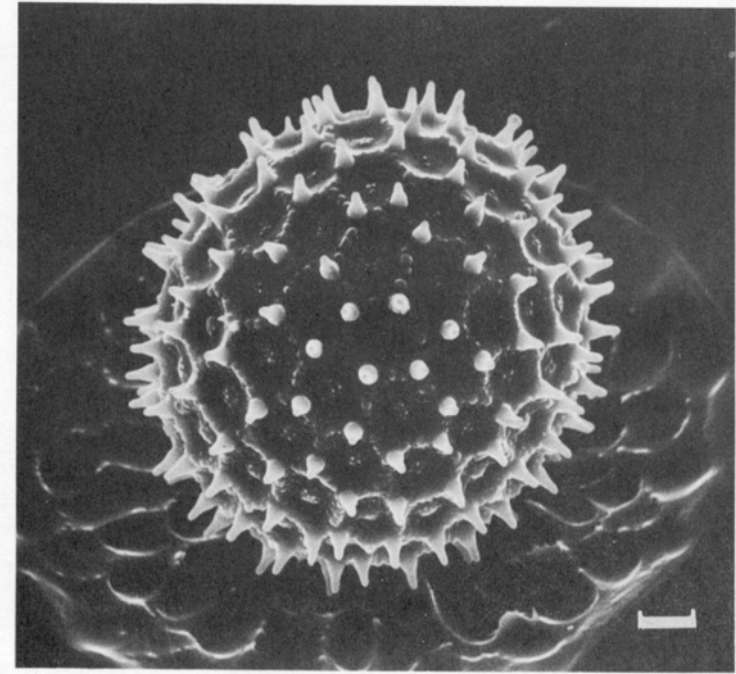
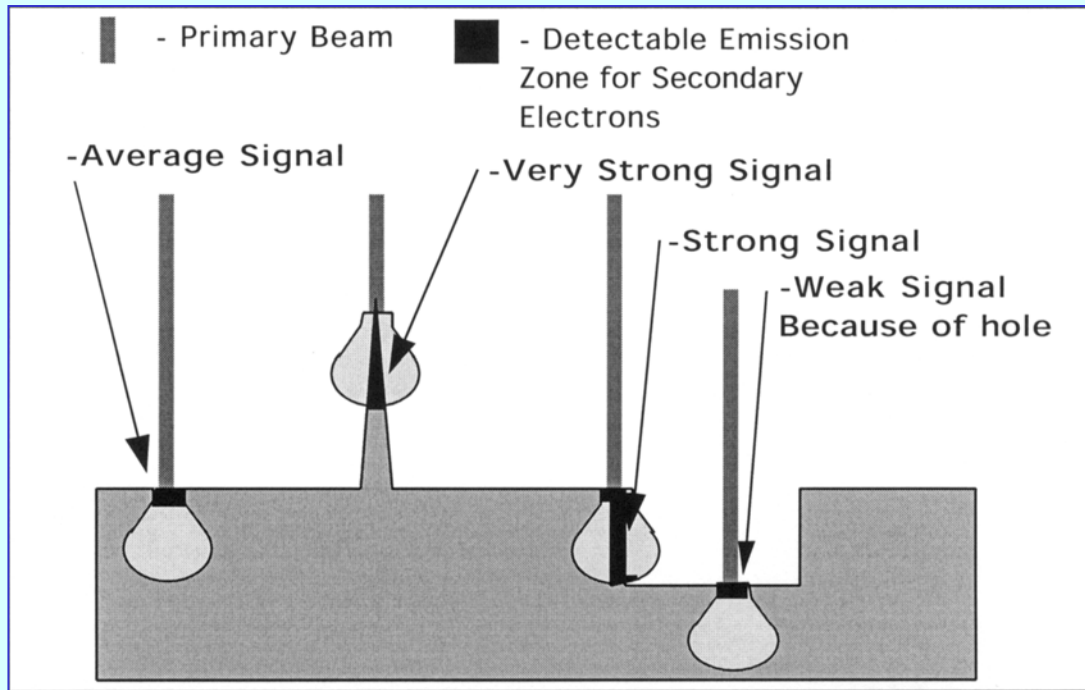
Si utilizzano quando si vogliono avere informazioni sulla densità atomica relativa assieme a informazioni sulla topografia dei campioni

Elettroni secondari (Secondary Electrons - SE)

Rappresentano il segnale più frequentemente utilizzato. Vengono generati quando un elettrone del fascio primario scalza un elettrone da un atomo sulla superficie del campione. Gli elettroni secondari hanno un'energia molto minore dei BS (pochi eV).

Vengono utilizzati per ottenere informazioni topografiche ad elevata risoluzione. L'interpretazione delle immagini è resa semplice dal fatto che il contrasto tra luci ed ombre è molto simile a quello che si otterrebbe se il campione fosse illuminato dalla luce.

Elettroni secondari (Secondary Electrons - SE)

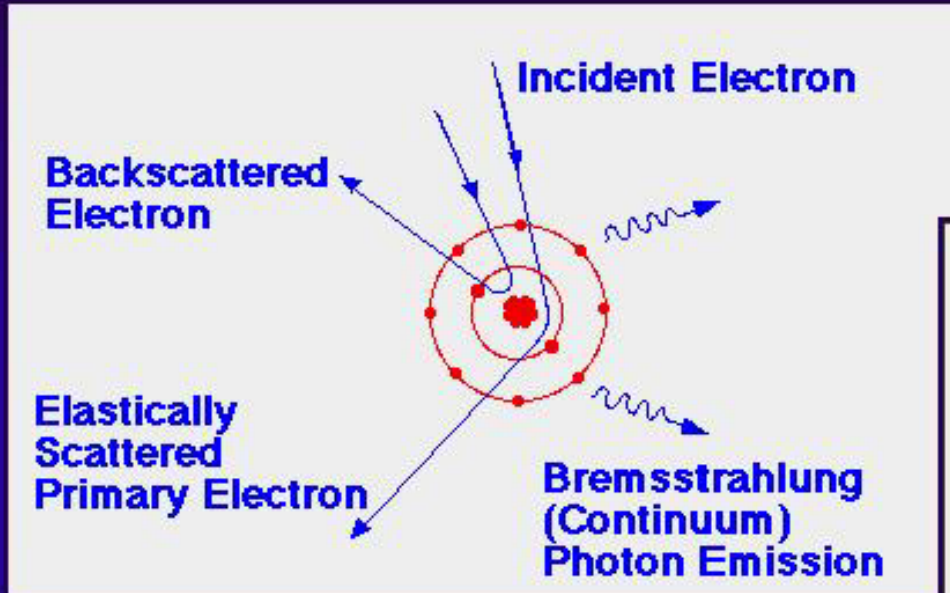


Un altro vantaggio degli elettroni secondari è la possibilità di ottenere per ciascun elettrone del fascio primario numerosi elettroni secondari mediante multiplo scattering.

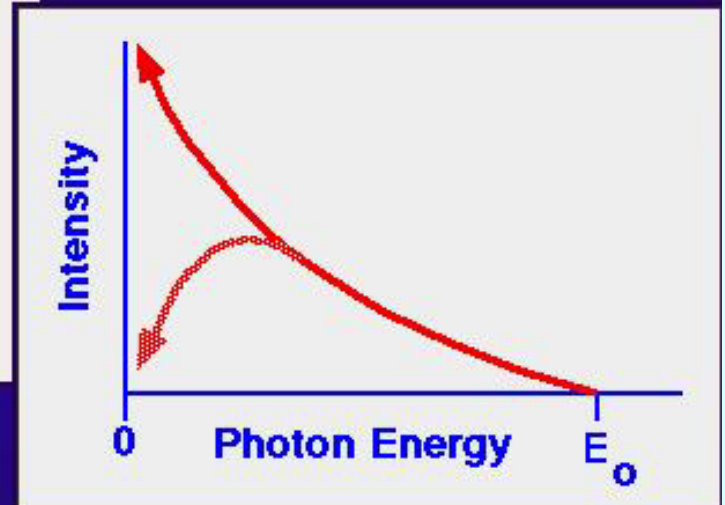
L'intensità del segnale che si ottiene unita alla limitatezza della zona da cui gli elettroni secondari possono emergere permettono un'elevata risoluzione.

Electron Excitation of Continuum Processes

Electron Excitation of Continuum Processes $KE = eV = \frac{1}{2}(mv^2)$



Decelerated in Coulombic field of atom, loss energy, converted into X-ray photons



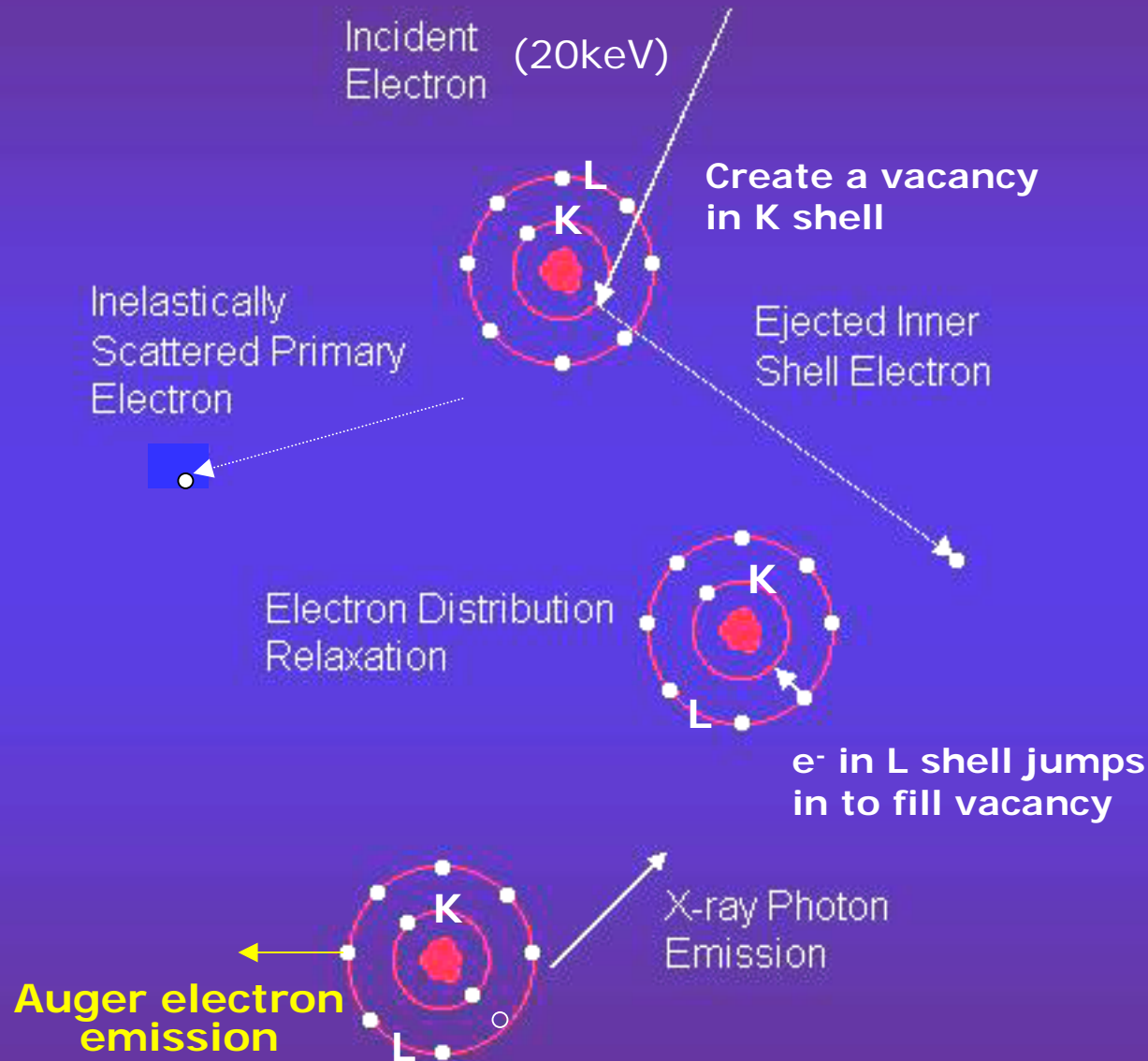
- Energy Range - Continuous Distribution

Maximum = Incident Electron Energy (Least Frequent)

Minimum = $E_{\text{plasmon}} \sim 15\text{-}30 \text{ eV}$ (Most Frequent)

- Spectral Distribution will reflect this range, modified by detector response function

Principles of X-ray Production



X-ray are produced by transitions of electrons between shells of atoms

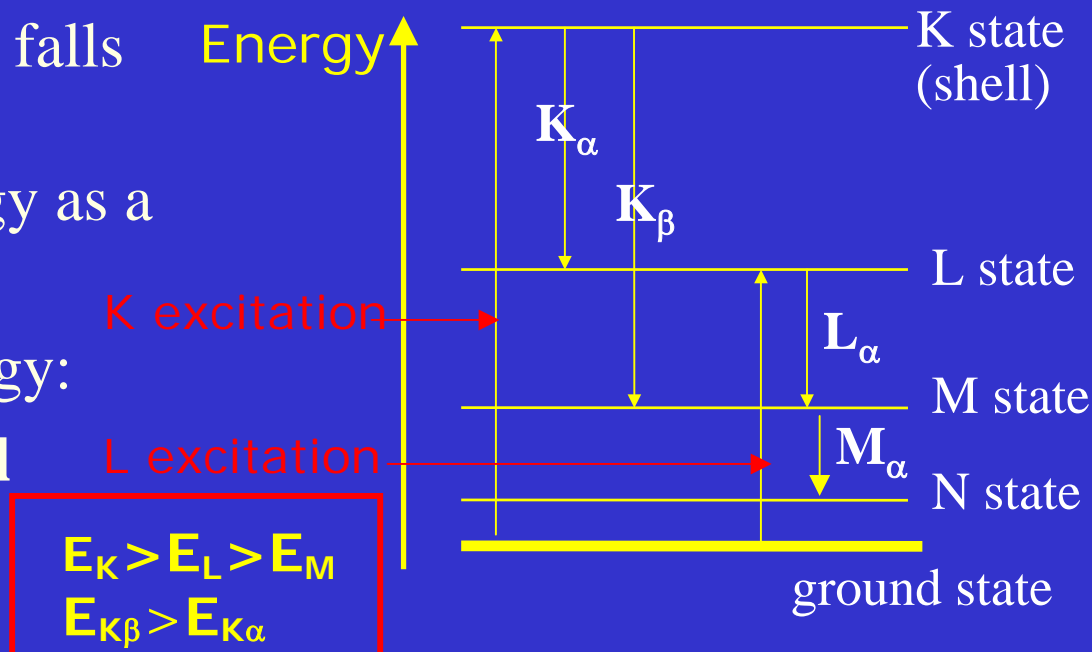
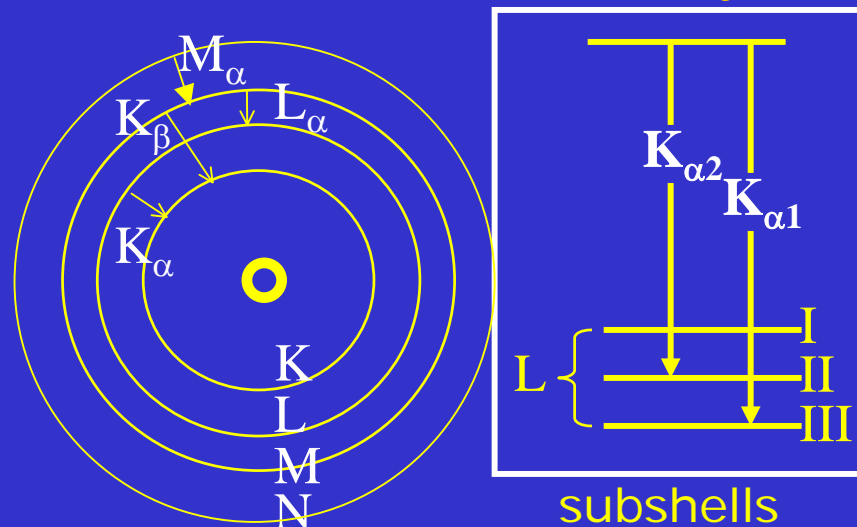
Shells correspond to particular energy level for an atom

Transition between shells and energy levels are **characteristic of element**

Process of inner-shell ionization and subsequent deexcitation

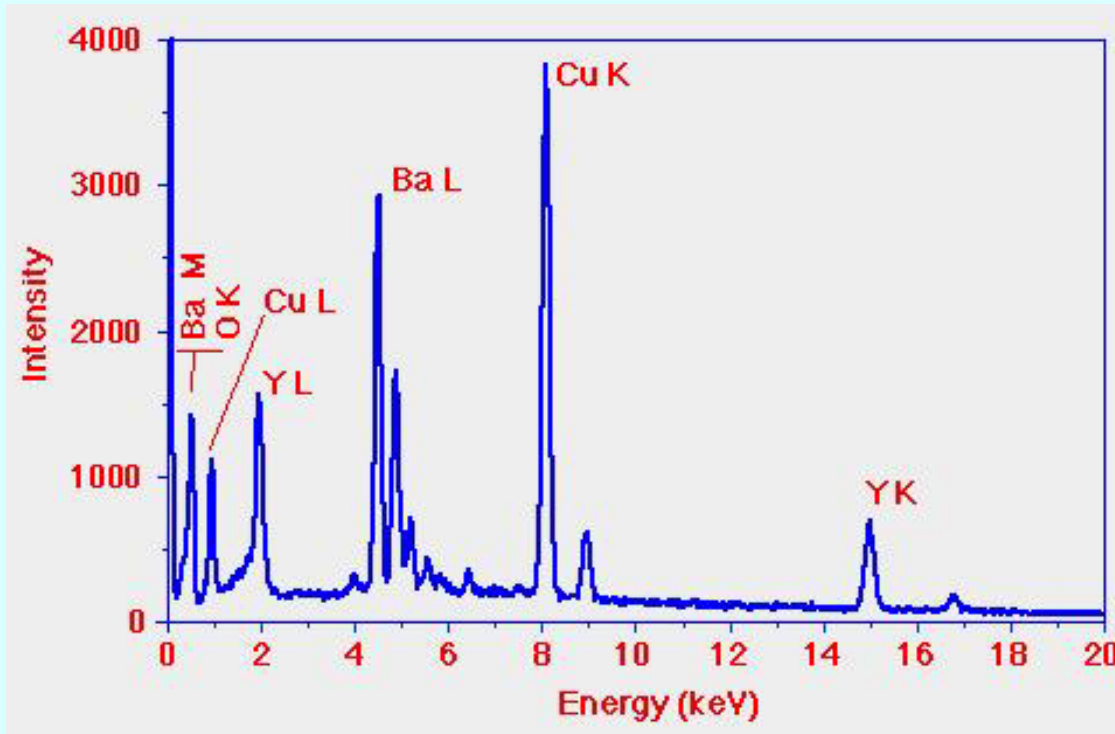
Excitation of K, L, M and N shells and Formation of $K\alpha$ to $M\alpha$ Characteristic X-rays

- If an incoming electron has sufficient kinetic energy for knocking out an electron of the K shell (the inner-most shell), it may excite the atom to an high-energy state (K state).
- One of the outer electron falls into the K-shell vacancy, emitting the excess energy as a x-ray photon.
- Characteristic x-ray energy:
- **Ex-ray = $E_{\text{final}} - E_{\text{initial}}$**



Characteristic X-ray Spectrum

Illustrating KLM Lines



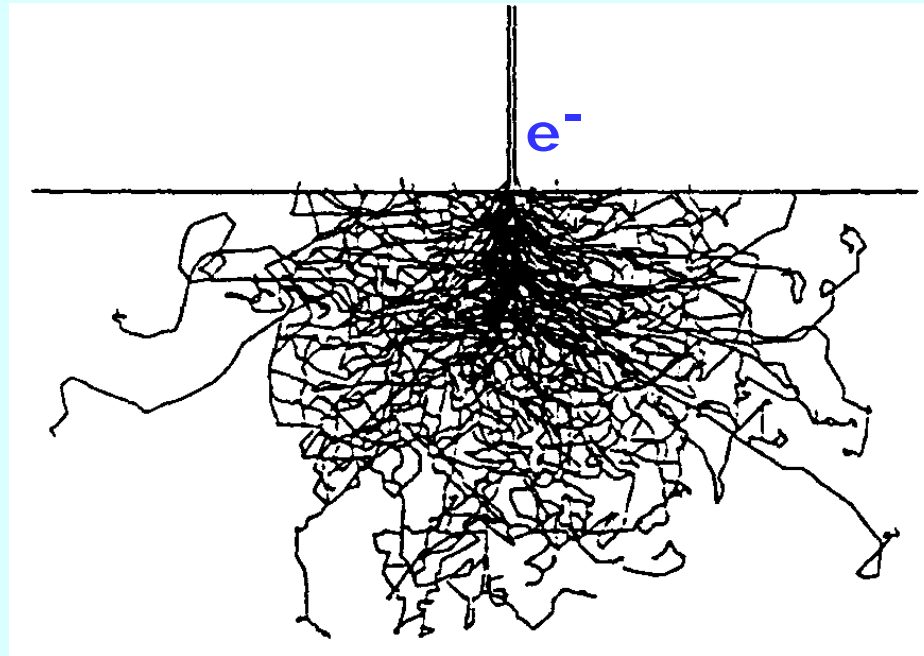
Note:

- As Z increases the K th shell line energy increases.
- If K -shell is excited, then all shells are excited (Y, Cu, Ba) but they may not be detected.
- Severe spectral **overlap** may occur for low energy lines.

TEM Specimen:

YBaCuO_{6.9} Superconductor
at 120kV, UTW detector

Interaction Volume: I

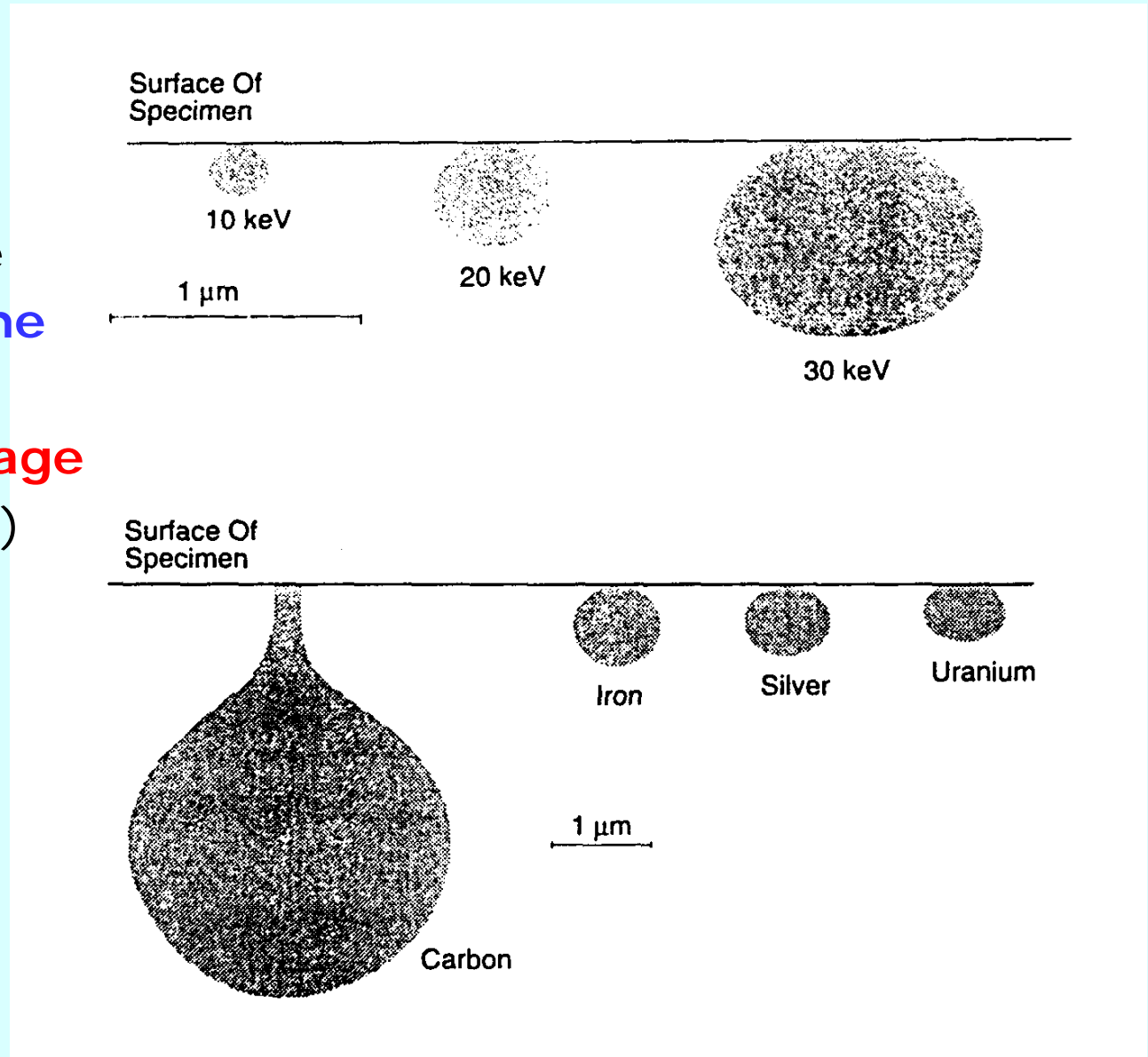


Monte Carlo simulations of 100 electron trajectories

- The incident electrons do not go along a
- straight line in the specimen, but a zig-zag
- path instead.

Interaction Volume: II

The penetration or, more precisely, the **interaction volume** depends on the **acceleration voltage** (energy of electron) and the **atomic number** of the specimen.



Escape Volume of Various Signals

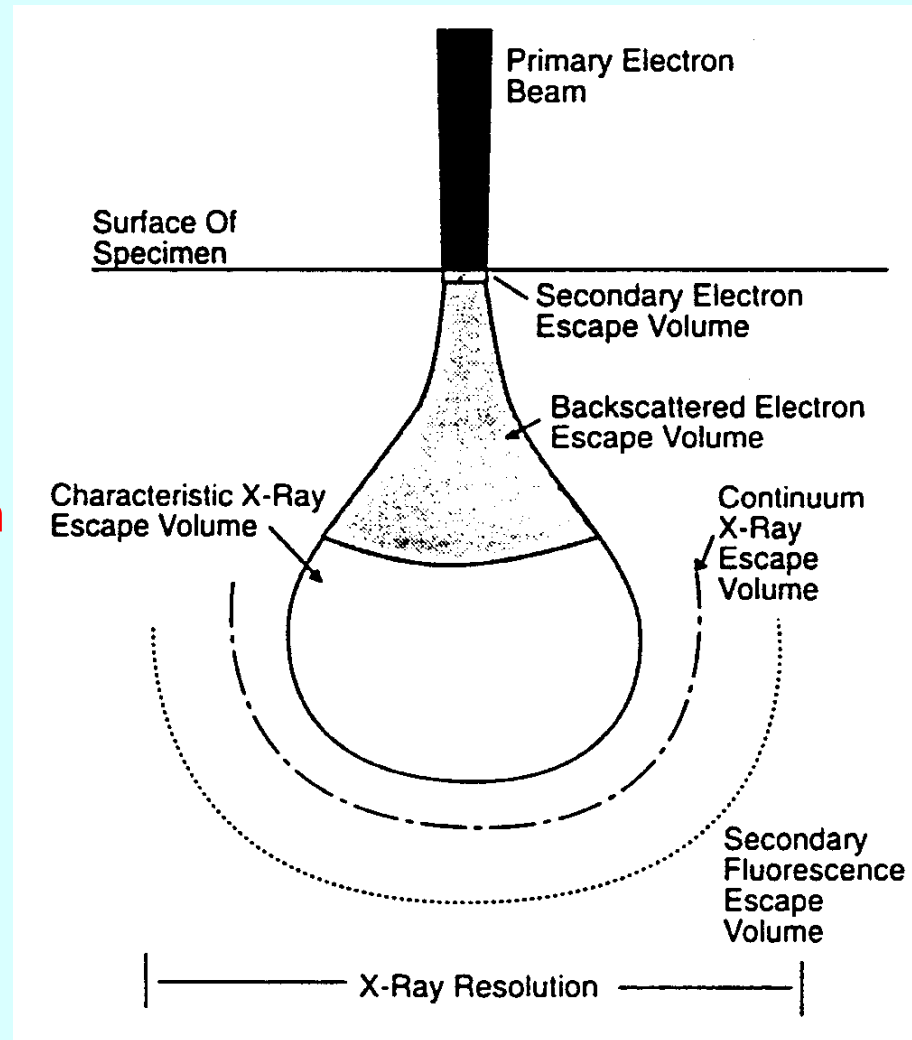
- The incident electrons interact with specimen atoms along their path in the specimen and generate various signals.
- Owing to the **difference in energy** of these signals, their '**penetration depths**' are different
- Therefore **different signal** observable on the specimen surface comes from **different parts of the interaction volume**
- **The volume responsible for the respective signal** is called the **escape volume of that signal**.

Escape Volumes of Various Signals

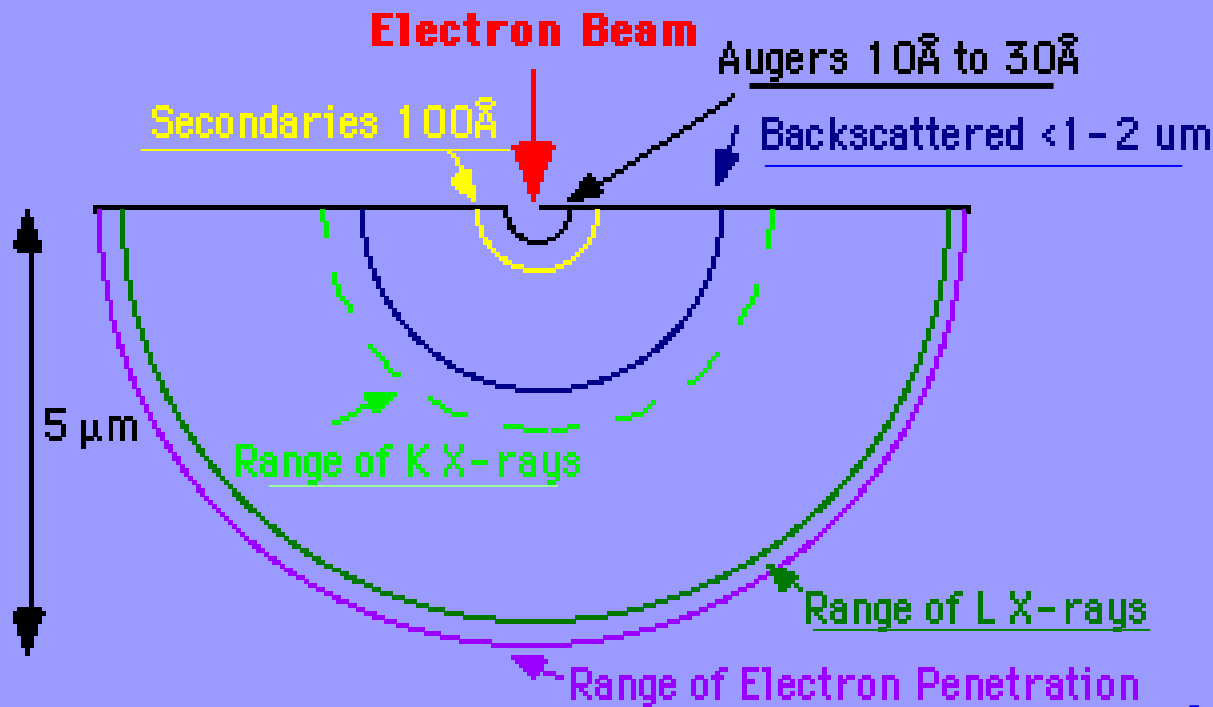
If the diameter of primary electron beam is $\sim 5\text{nm}$

- Dimensions of escape zone of

- **Secondary electron:**
diameter $\sim 10\text{nm}$; depth $\sim 10\text{nm}$
- **Backscattered electron:**
diameter $\sim 1\mu\text{m}$; depth $\sim 1\mu\text{m}$
- **X-ray:** from the whole interaction volume, i.e., $\sim 5\mu\text{m}$ in diameter and depth

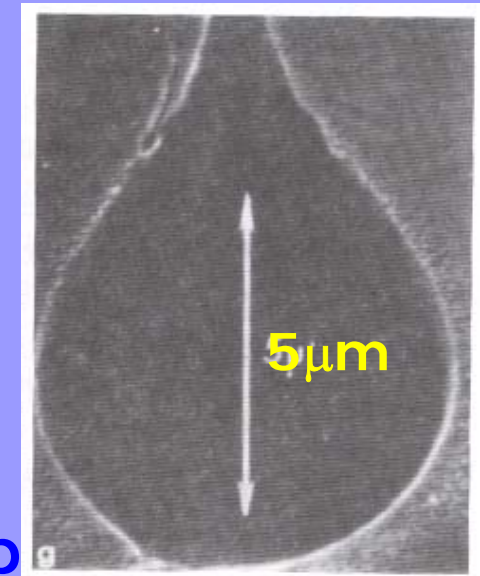


Electron Interaction Volume



At 20 KV Accelerating Voltage and Z=28

Pear shape



- a. Schematic illustration of electron beam interaction in Ni
- b. Electron interaction volume in polymethylmethacrylate (plastic-a low Z matrix) is indirectly revealed by etching

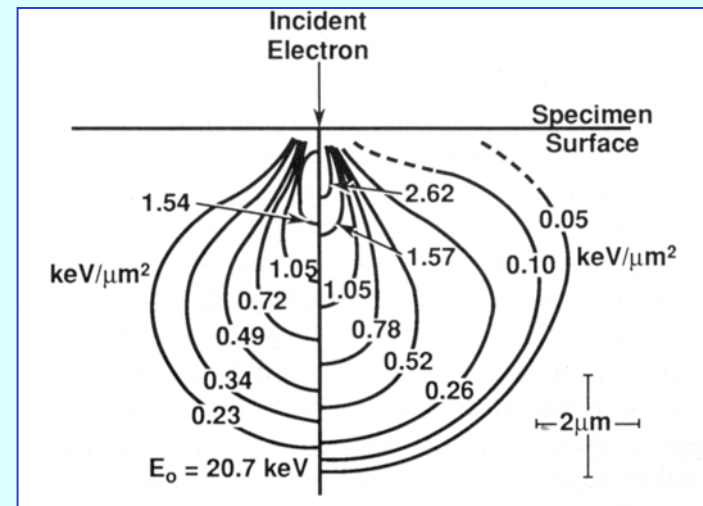
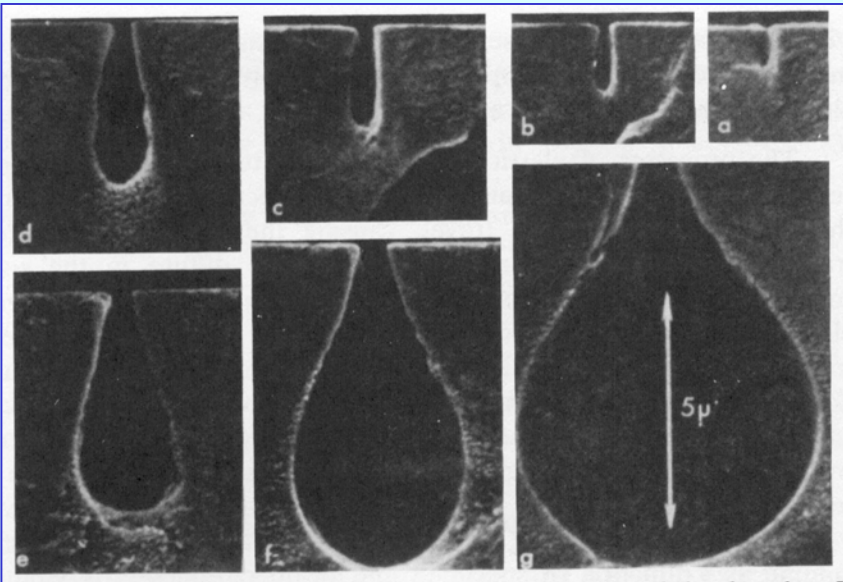
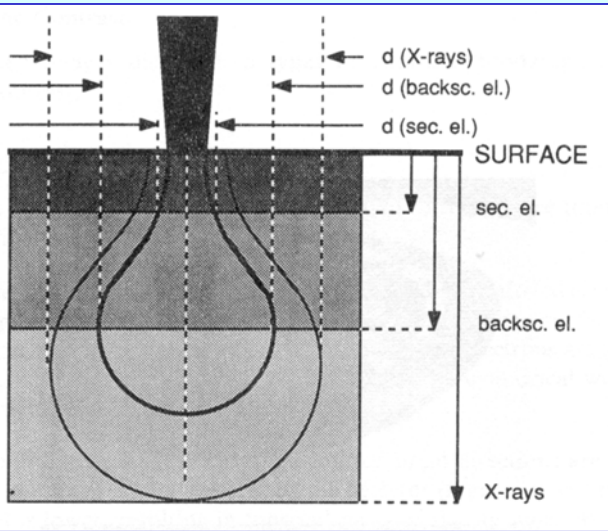
Interazione campione-fascio elettronico

La pera di reazione

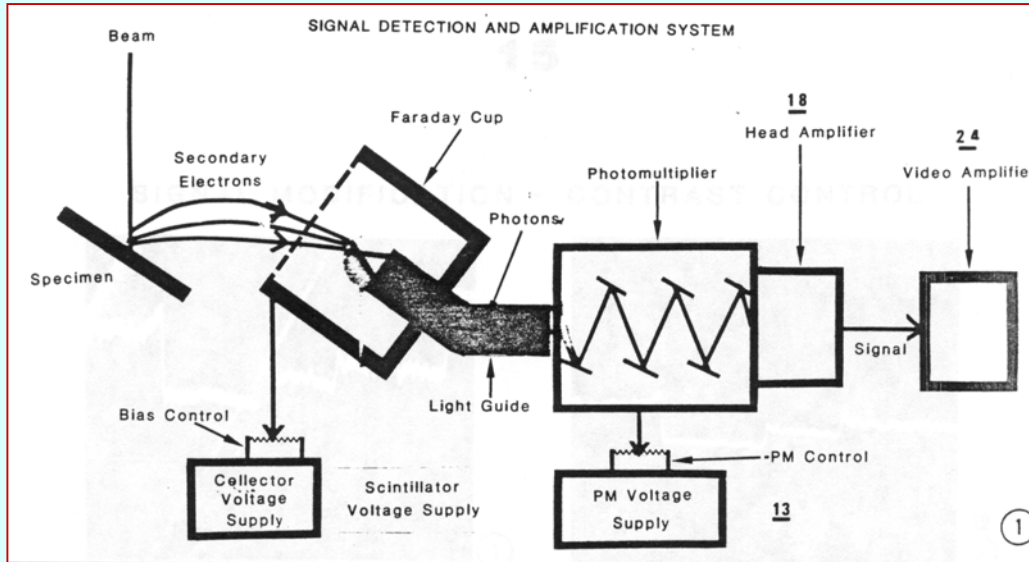
SE, BSE e RX provengono da volumi di reazione di differenti dimensioni secondo lo schema di reazione riportato qui a fianco. Ciò dipende dalla loro energia e quindi dalla possibilità di emergere dal campione senza essere catturati dagli atomi del campione stesso.

Table 3.1 Elastic Mean Free Path in Nanometers (Scattering Angle $>2^\circ$)

| Element | Energy (keV) | | | | |
|---------|--------------|------|------|------|-----|
| | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 |
| C | 5.5 | 22 | 49 | 89 | 140 |
| Al | 1.8 | 7.4 | 17 | 29 | 46 |
| Fe | 0.3 | 1.3 | 2.9 | 5.2 | 8.2 |
| Ag | 0.15 | 0.6 | 1.3 | 2.3 | 3.6 |
| Pb | 0.08 | 0.34 | 0.76 | 1.4 | 2.1 |
| U | 0.05 | 0.19 | 0.42 | 0.75 | 1.2 |



SEM: sistema di raccolta del segnale



Questo detector può essere utilizzato anche per gli elettroni BS applicando un potenziale leggermente negativo alla gabbia di faraday che serve per respingere gli elettroni secondari.

Per avere un numero sufficiente di BSE che entrano nel detector il campione va tiltato.

Everhart-Thornley detector

Gli SE vengono attratti da un potenziale positivo di 200V applicato alla Faraday Cup posta attorno al detector. Una volta penetrati nel detector vengono attratti, con un potenziale di 10kV dallo scintillatore colpendo il quale causano emissione fotoni.

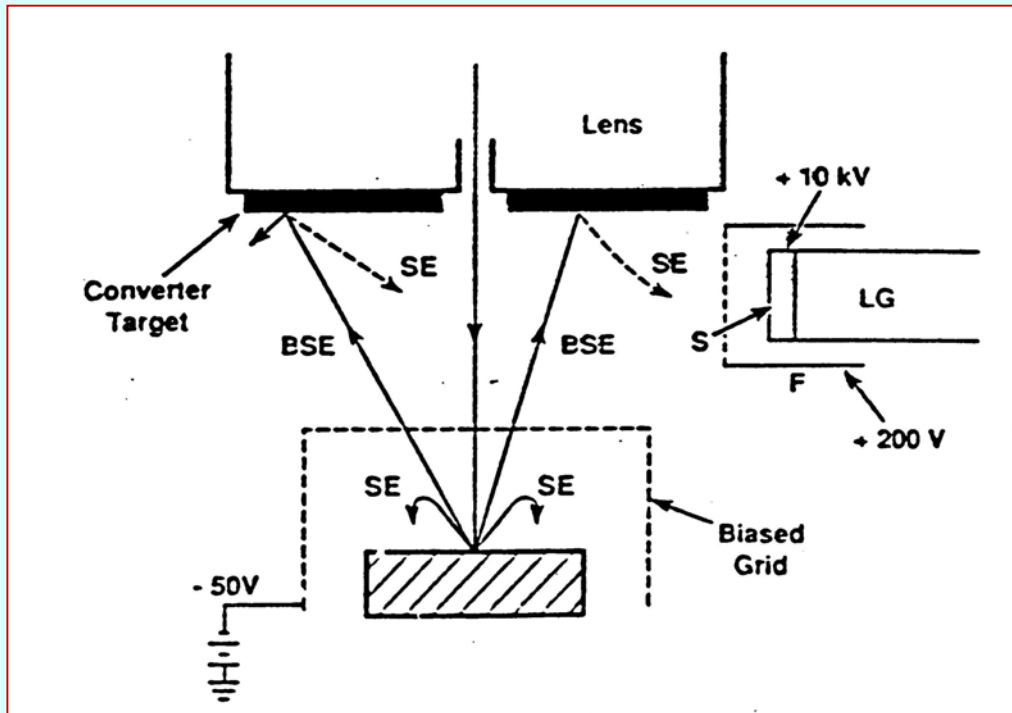
I fotoni viaggiano lungo la linea ottica e passando attraverso il fotomoltiplicatore causano un aumento di intensità del segnale. L'amplificazione del segnale viene regolata attraverso un controllo de voltaggio (contrast control).

Interazione campione-fascio elettronico

Detector per elettroni retrodiffusi.

Il detector E-T pur potendo essere reso specifico per i BSE ha un'efficienza bassa.

Uso allora un rivelatore senza potenziale di accelerazione per eliminare il contributo degli elettroni secondari e fatto a ciambella attorno al fascio primario per aumentare l'efficienza.



In questo caso la massima resa si ha quando il campione non è tiltato.

Formazione dell'immagine

A differenza del microscopio ottico (e del TEM) nel SEM non abbiamo una immagine vera dell'oggetto. L'immagine è prodotta mappando punto per punto il campione e raccogliendo uno dei possibili segnali. La scansione del pennello sul campione è sincronizzata con la scansione che forma l'immagine sul tubo a raggi catodici. Ciononostante l'immagine che otteniamo è simile a quella che avremmo con un campione illuminato dalla luce.

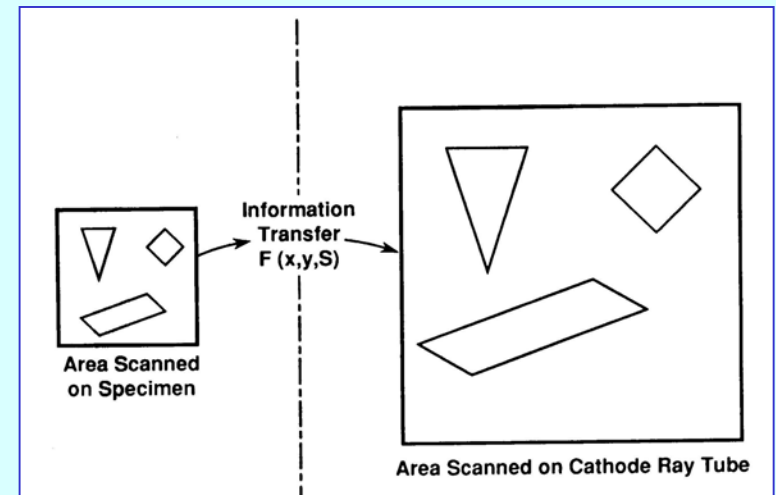
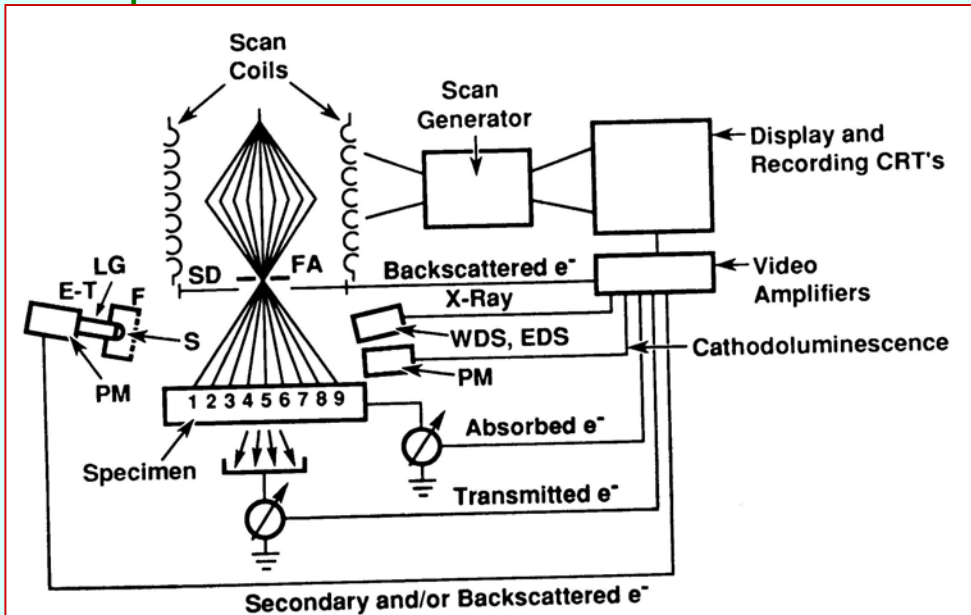
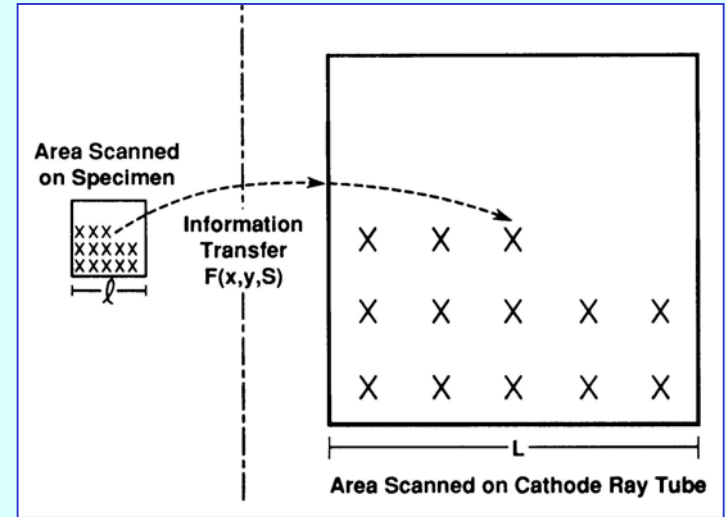
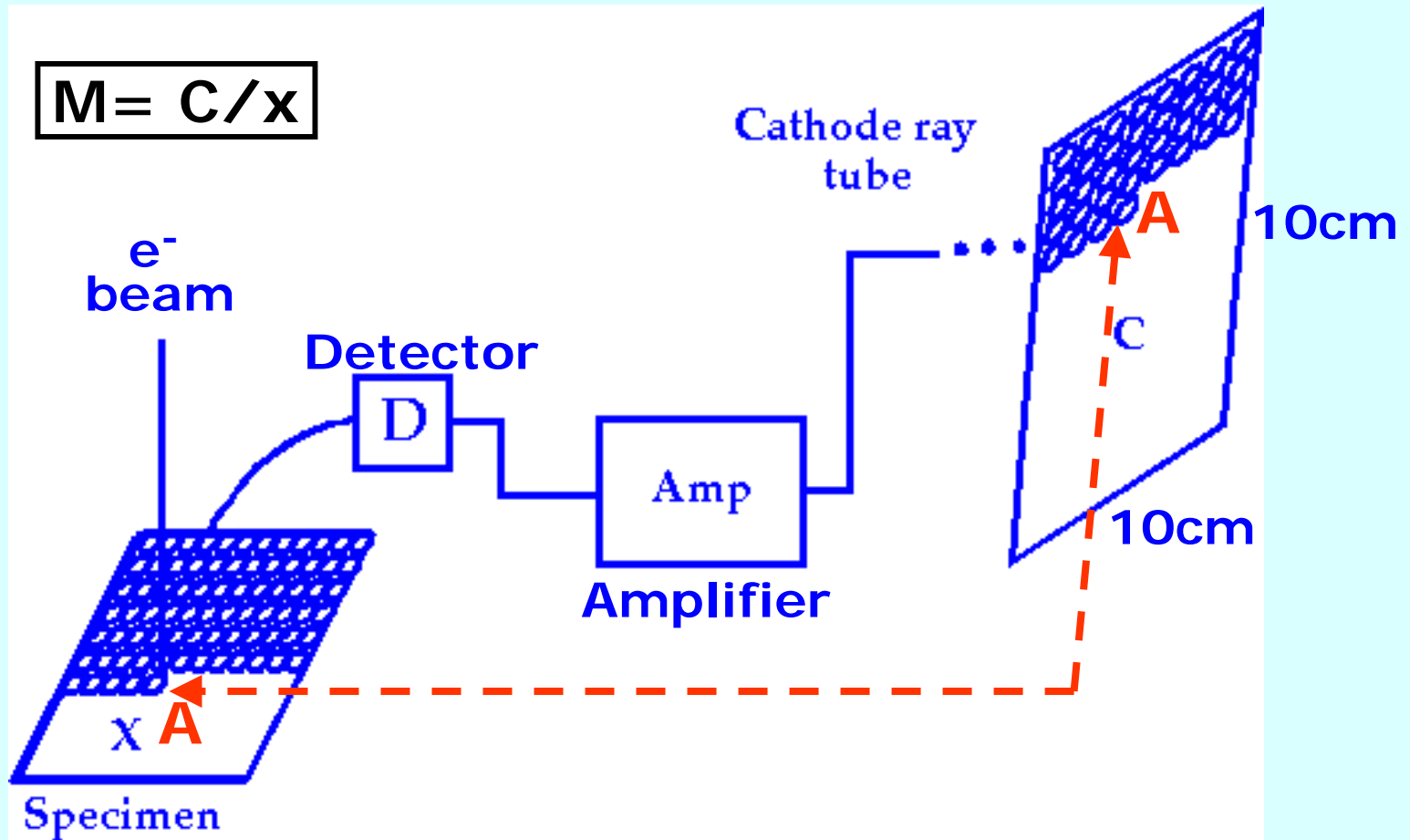


Image Formation in SEM



Beam is scanned over specimen in a raster pattern in **synchronization** with beam in CRT.

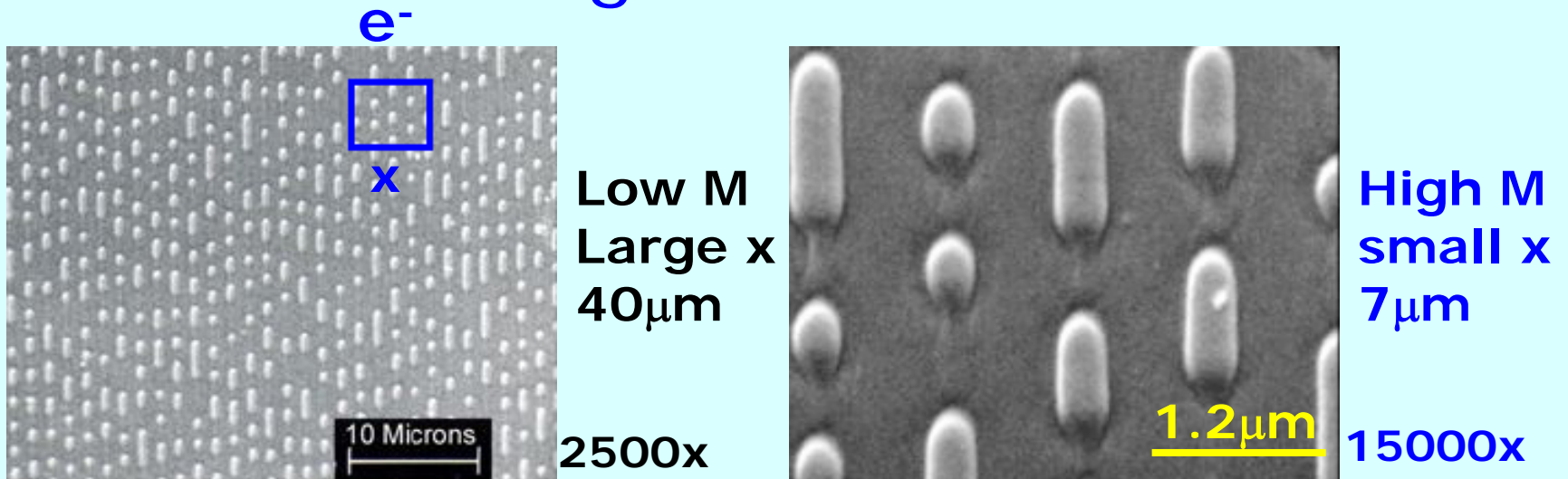
Intensity at A on CRT is proportional to **signal** detected from A on specimen and signal is modulated by amplifier.

Formazione dell'immagine

La qualità dell'immagine SEM dipende dai seguenti parametri:

| | |
|---------------------------|--|
| Ingrandimento | rapporto tra area scannata e area CRT |
| Risoluzione | abilità di distinguere tra due punti |
| Profondità di campo | regione in cui si vede con accettabile definizione al di sopra e al di sotto del punto di fuoco ottimale |
| Luminosità | valore assoluto di ciascun pixel che compone l'immagine |
| Contrasto | differenze tra 2 pixel |
| Distorsioni \ aberrazioni | |
| Rumore | tutto ciò che non deriva da un'interazione voluta tra il campione e il pennello elettronico |
| Composizione | dipende dall'abilità dell'operatore |

Magnification



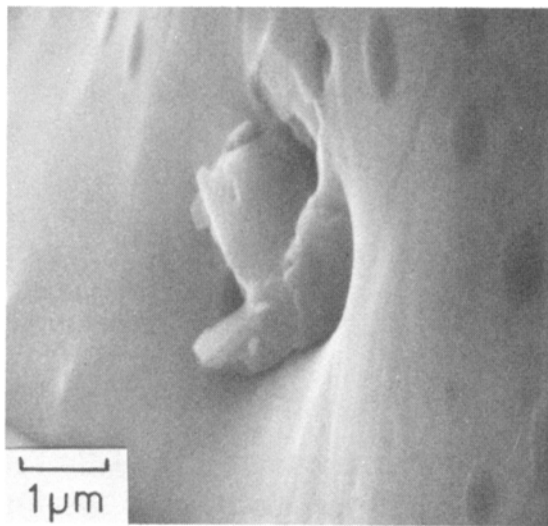
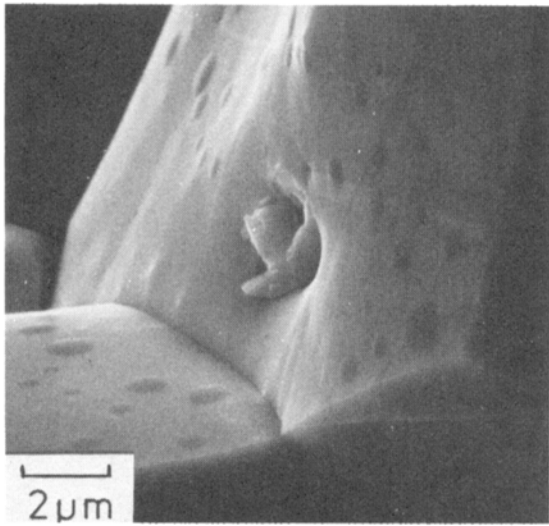
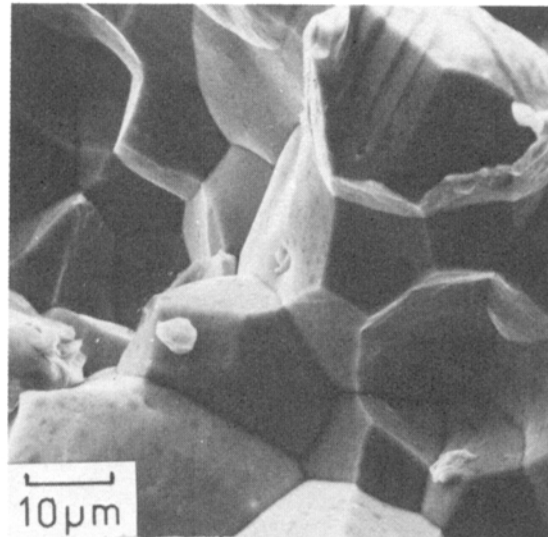
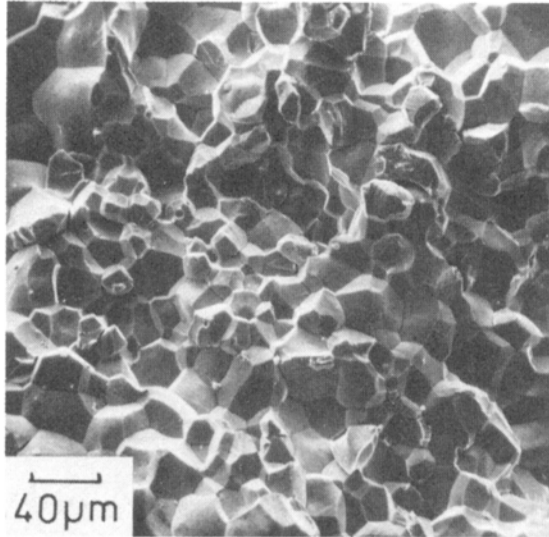
The magnification is simply the ratio of the length of the scan **C** on the Cathode Ray Tube (CRT) to the length of the scan **x** on the specimen. For a CRT screen that is 10 cm square:

$$M = C/x = 10\text{cm}/x$$

Increasing M is achieved by decreasing x.

| M | x | M | x |
|------|--------|--------|-------|
| 100 | 1 mm | 10000 | 10 µm |
| 1000 | 100 µm | 100000 | 1 µm |

Ingrandimento



L'ingrandimento è dato da rapporto tra l'area scannata sul campione e quella scannata sul CRT. Quest'ultima è ovviamente fissa e pari alle dimensioni dello schermo

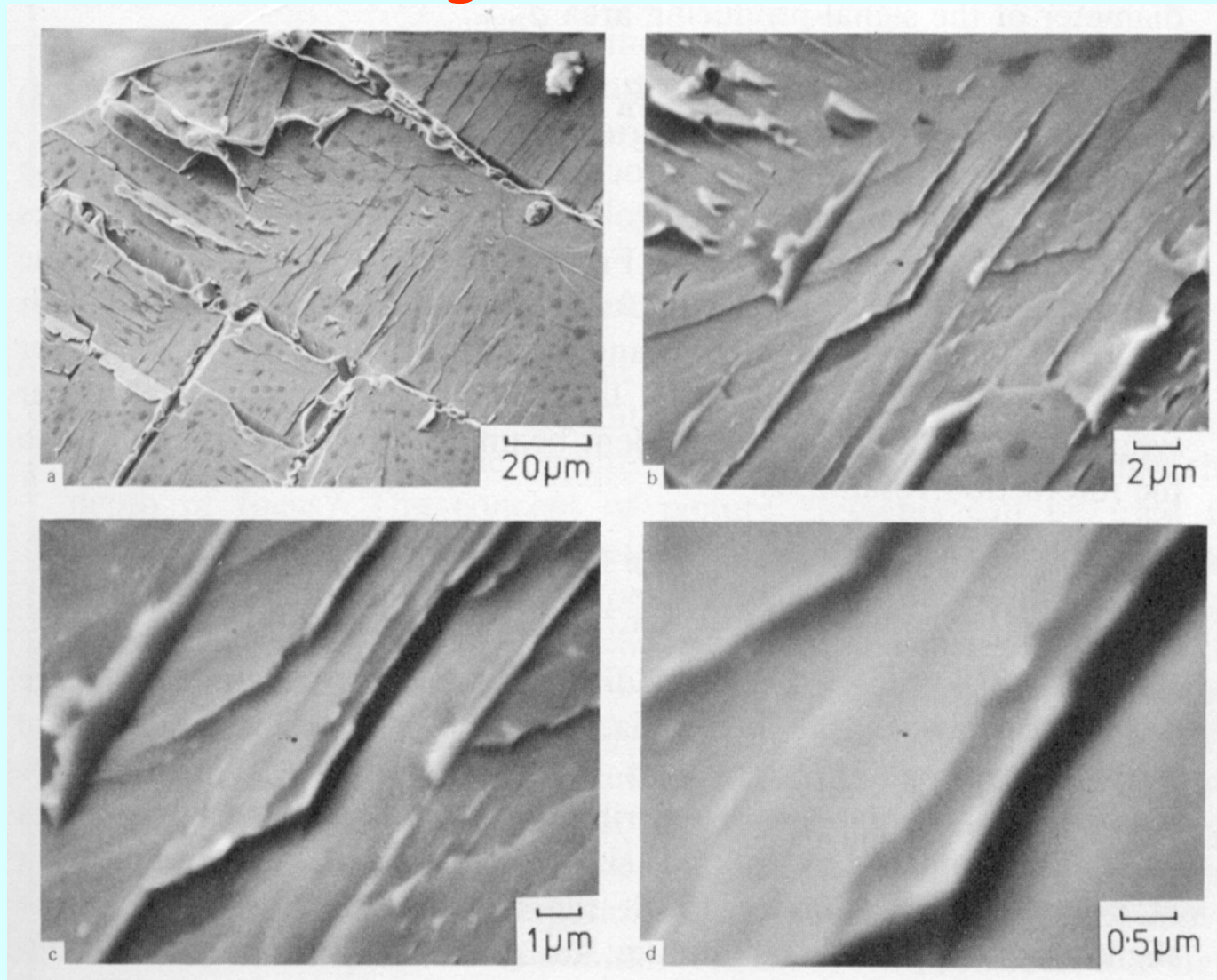
Table 4.1. Area Sampled as a Function of Magnification^a

| Magnification | Area on sample |
|---------------|-----------------------|
| 10X | (1 cm) ² |
| 100X | (1 mm) ² |
| 1,000X | (100 μm) ² |
| 10,000X | (10 μm) ² |
| 100,000X | (1 μm) ² |
| 1,000,000X | (100 nm) ² |

^a Assumes CRT screen measures 10 cm × 10 cm.

L'ingrandimento dipende solo dall'azione delle scan coils e non riguarda l'obiettivo. Non devo ritoccare il fuoco quando ingrandisco

Ingrandimento



Ad alto ingrandimento le dimensioni dello spot diventano comparabili con i dettagli che vogliamo visualizzare: **E' INUTILE INGRANDIRE TROPPO SE NON ABBIAMO RISOLUZIONE.**

Resolution Limitations

Ultimate resolution obtainable in an SEM image can be limited by:

1. Electron Optical limitations

Diffraction: $d_d = 1.22\lambda/\alpha$

for a 20-keV beam, $\lambda = 0.0087\text{nm}$ and $\alpha = 5 \times 10^{-3}$ $d_d = 2.1\text{nm}$

Chromatic and spherical aberrations: $d_{\min} = 1.29\lambda^{3/4} C_s^{1/4}$

A SEM fitted with an FEG has an **achievable resolution** of $\sim 1.0\text{nm}$ at 30 kV due to smaller C_s ($\sim 20\text{mm}$) and λ .

2. Specimen Contrast Limitations

| Contrast | d_{\min} |
|----------|------------|
| 1.0 | 2.3nm |
| 0.5 | 4.6nm |
| 0.1 | 23nm |
| 0.01 | 230nm |

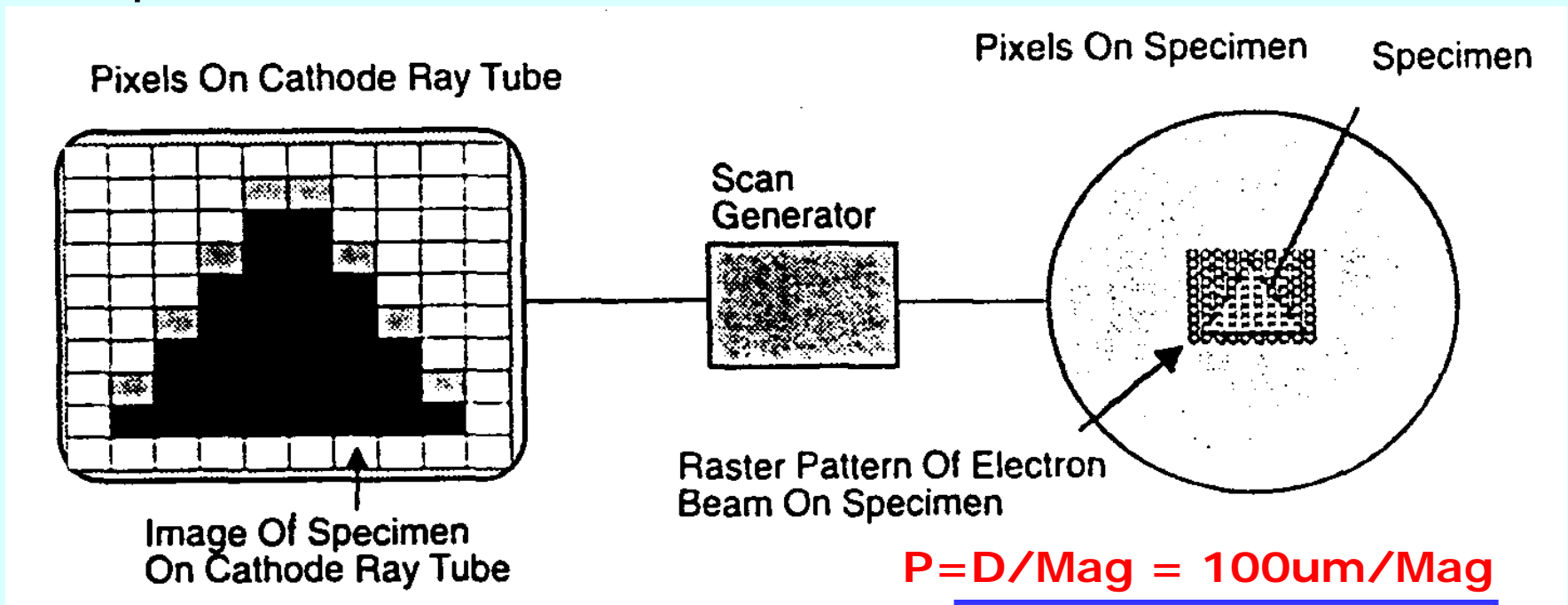
3. Sampling Volume Limitations

How Fine Can We See with SEM?

- If we can scan an area with width **10 nm** ($10,000,000\times$) we may actually see atoms!! But, can we?
- Image on the CRT consists of spots called **pixels** (e.g. your PC screen displays 1024×768 pixels of $\sim 0.25\text{mm}$ pitch) which are the basic units in the image.
- **You cannot have details finer than one pixel!**

Resolution of Images: I

- Assume that there the screen can display 1000 pixels/(raster line), then you can imagine that there are 1000 pixels on each raster line on the specimen.
- The **resolution** is the **pixel diameter** on specimen surface.



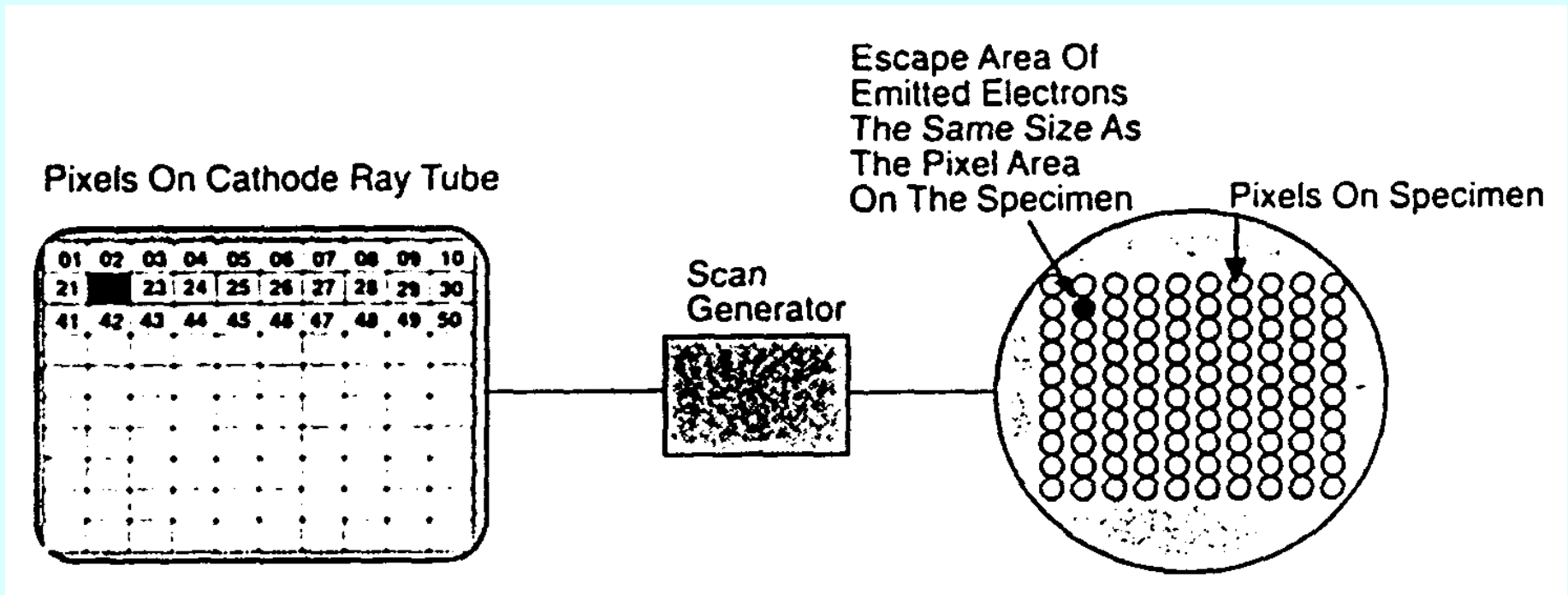
P-pixel diameter on specimen surface

D-pixel diameter on CRT, Mag-magnification

| Mag | P(μm) | Mag | P(nm) |
|-----|--------------------|-------|-------|
| 10x | 10 | 10kx | 10 |
| 1kx | 0.1 | 100kx | 1 |

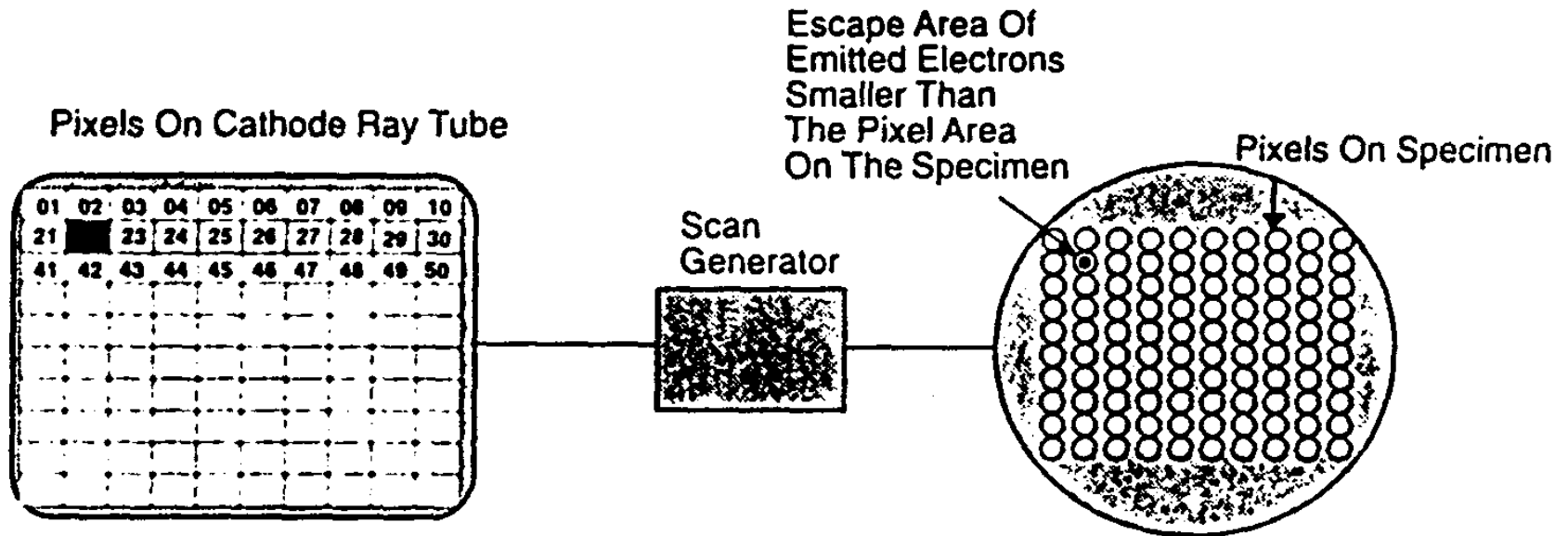
Resolution of Images: II

- The **optimum condition** for imaging is when the **escape volume of the signal concerned** equals to **the pixel size**.



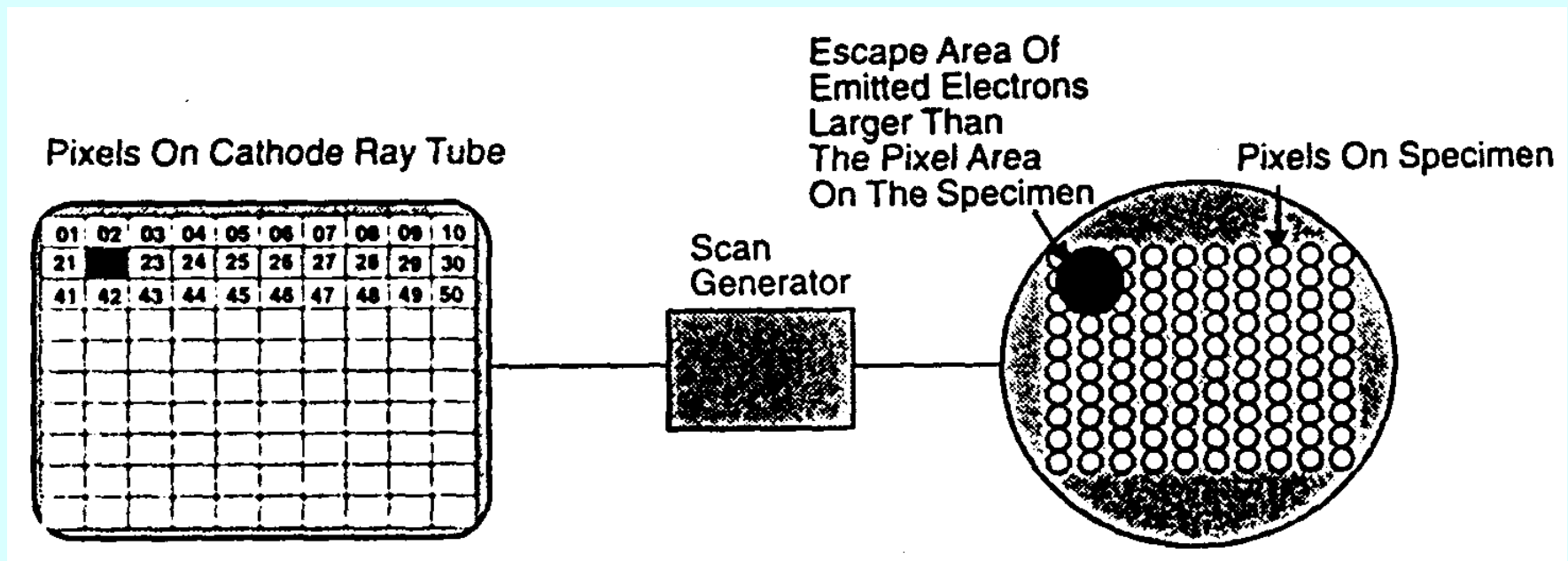
Resolution of Images: III

- Signal will be **weak** if **escape volume**, which depends on **beam size**, is **smaller** than **pixel size**, but the **resolution** is still achieved. (*Image is 'noisy'*)



Resolution of Images: IV

- Signal from different pixel will **overlap** if **escape volume** is **larger** than the **pixel size**. The image will appeared out of focus (*Resolution decreased*)



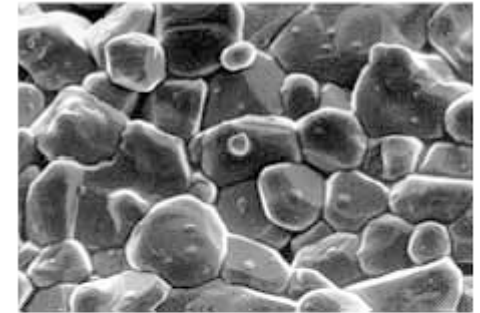
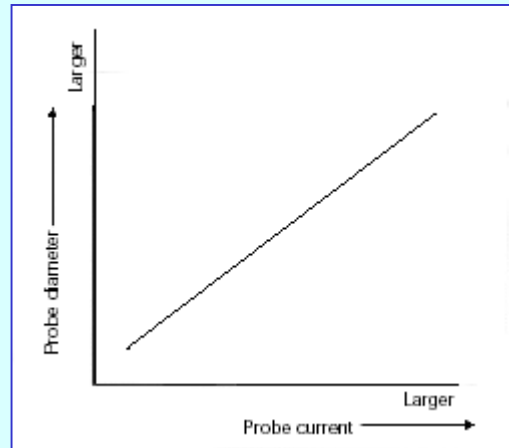
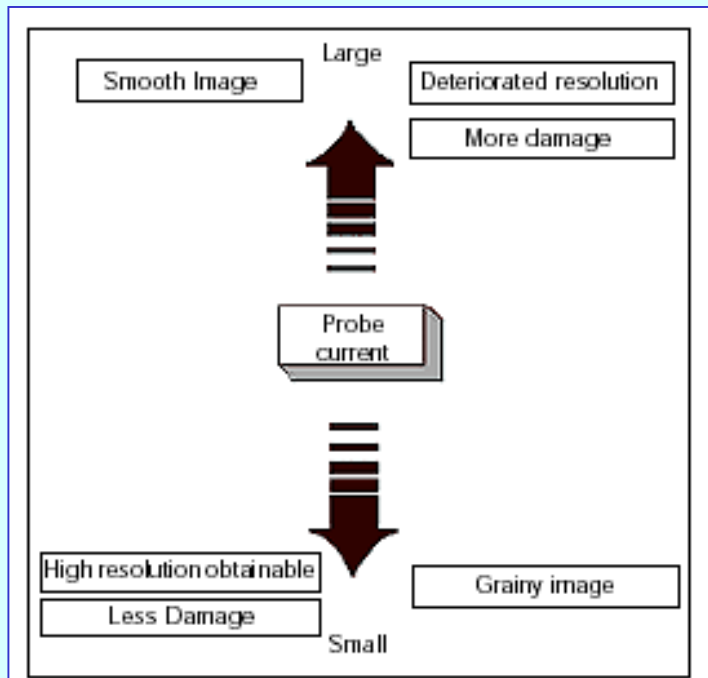
Resolution of Images: V

In extremely good SEM, **resolution** can be **a few nm**. The limit is set by the **electron probe size**, which in turn depends on the quality of the **objective lens** and **electron gun**.

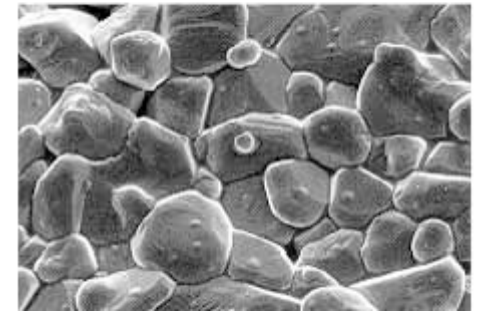
| Magnification | Pixel diameter on Specimen | |
|---------------|----------------------------|-------|
| | μm | nm |
| 10 | 10 | 10000 |
| 100 | 1 | 1000 |
| 1000 | 0.1 | 100 |
| 10000 | 0.01 | 10 |
| 100000 | 0.001 | 1 |

Risoluzione

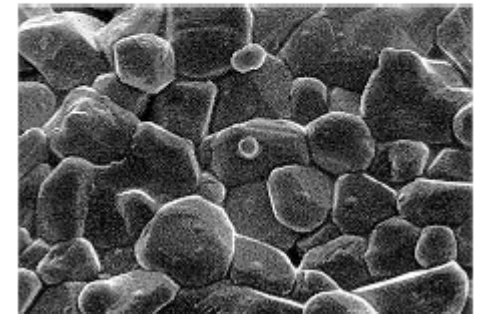
L'ingrandimento va variato insieme alla dimensione del pennello. La risoluzione è inversamente proporzionale all'area del pennello. Bisogna però ricordare che quest'ultima determina l'intensità del segnale emesso.



(a) 1 nA



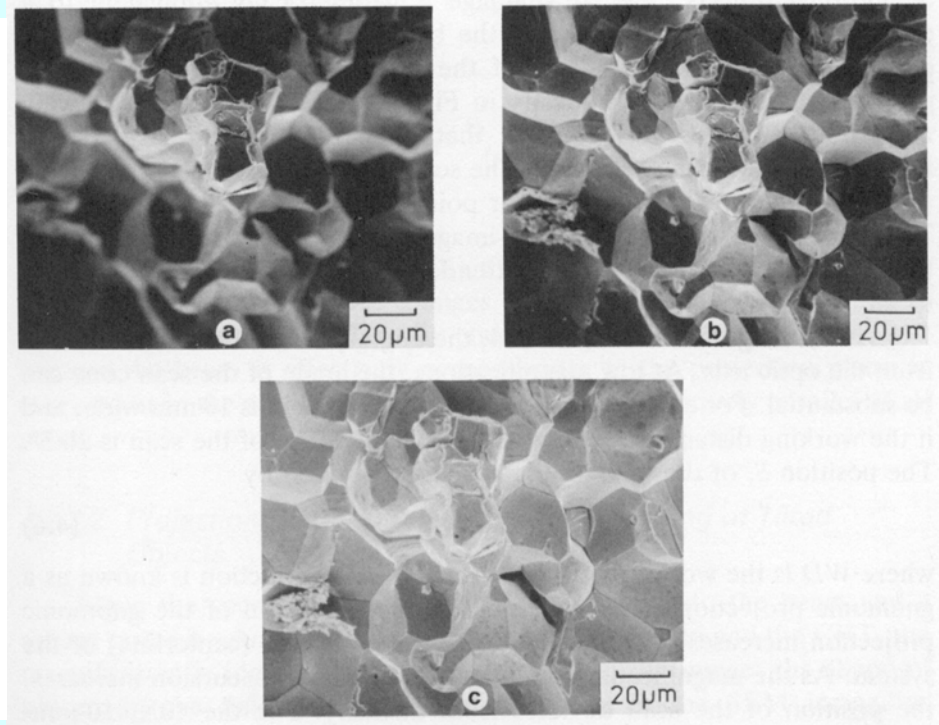
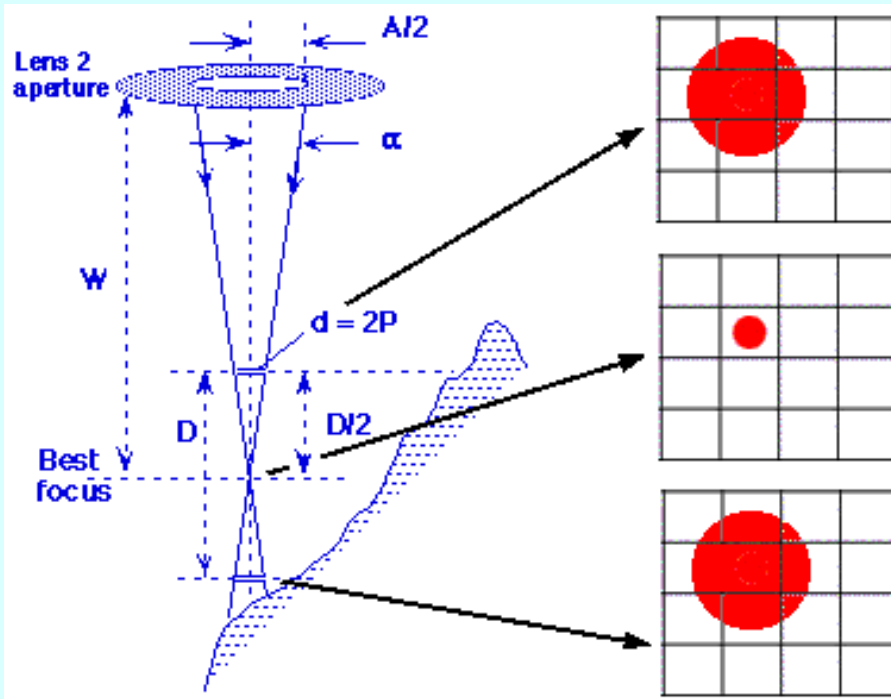
(b) 0.1 nA



(c) 10 pA

Profondità di campo

Attenzione: aumentando la risoluzione si diminuisce la profondità di campo



Depth of Field

$$D = \frac{4 \times 10^5 W}{AM} \text{ (}\mu\text{m)}$$

To increase **D**

Decrease aperture size, **A**

Decrease magnification, **M**

Increase working distance, **W** (mm)

Image Contrast

SE Images

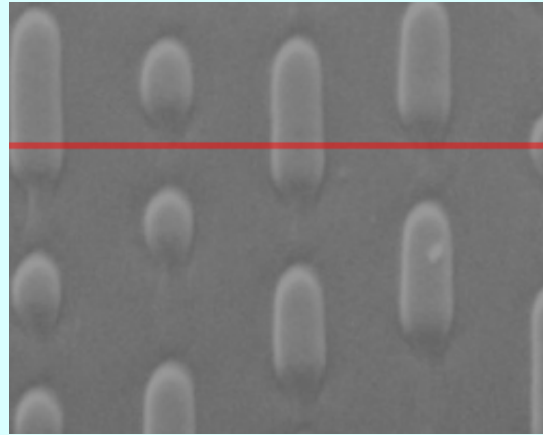
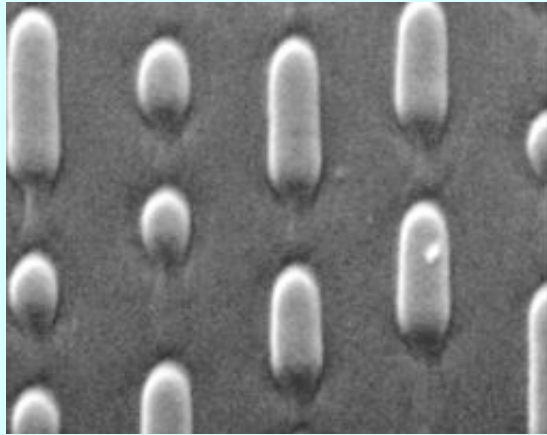
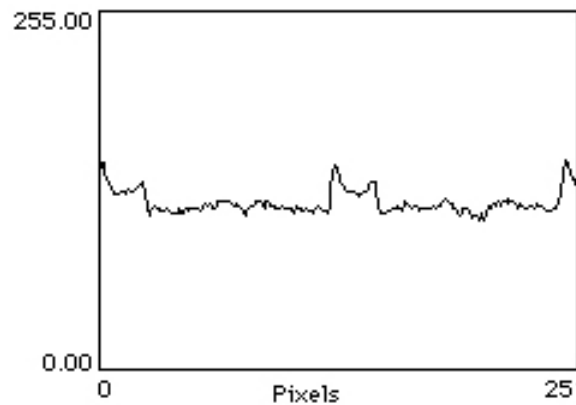
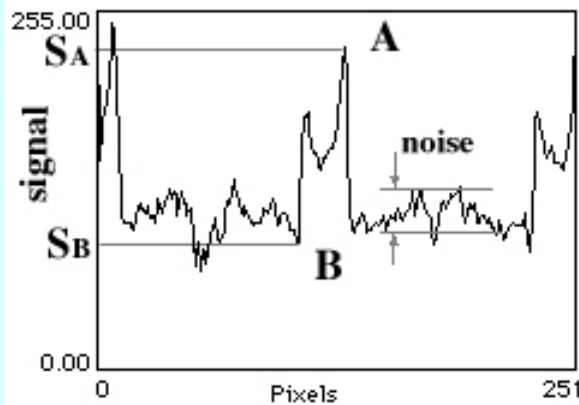


Image contrast, C is defined by

$$C = \frac{S_A - S_B}{S_A} = \frac{\Delta S}{S_A}$$

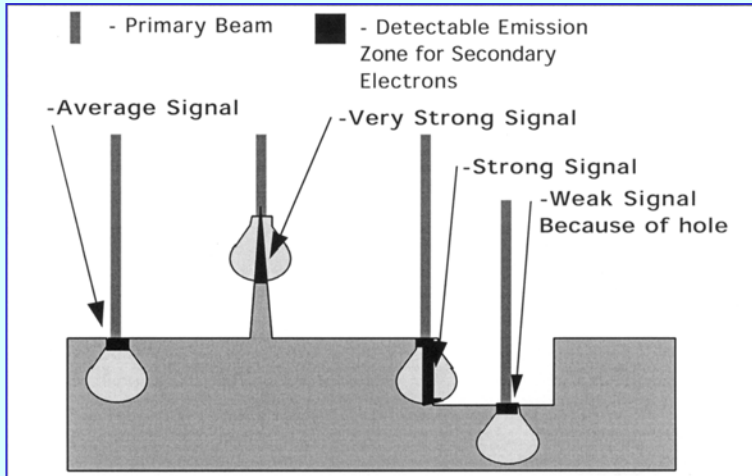


S_A , S_B Represent signals generated from two points, e.g., A and B, in the scanned area.

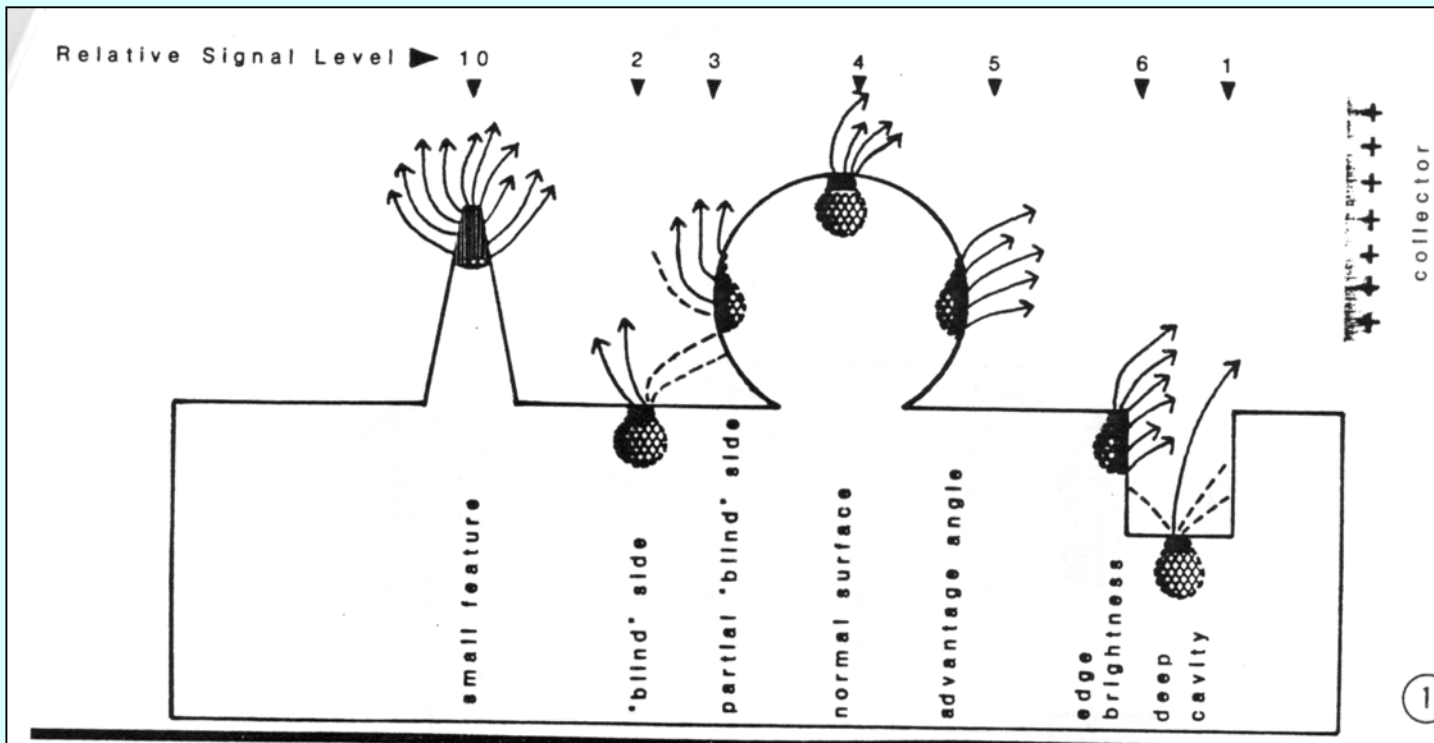
In order to detect objects of small size and low contrast in an SEM it is necessary to use a high beam current and a slow scan speed (i.e., improve signal to noise ratio).

SE-topographic and BSE-atomic number contrast

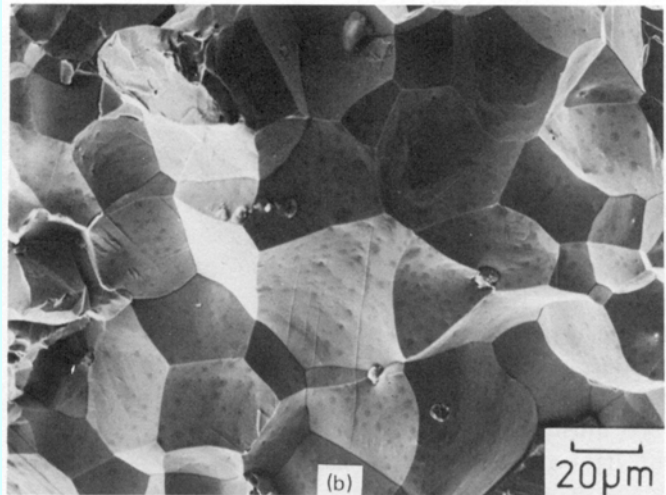
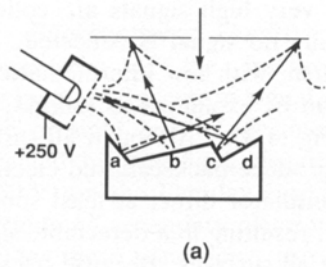
Luminosità e contrasto



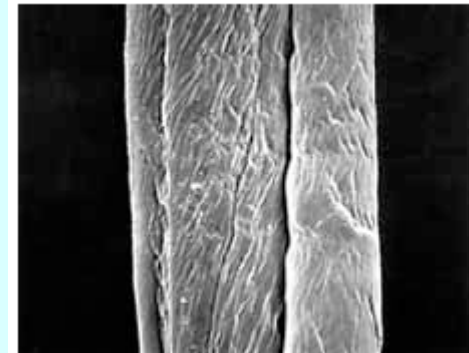
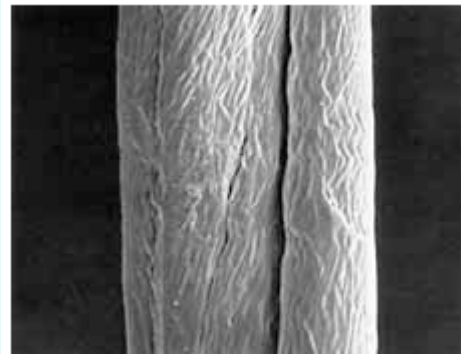
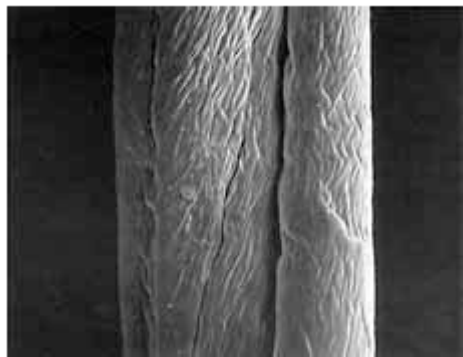
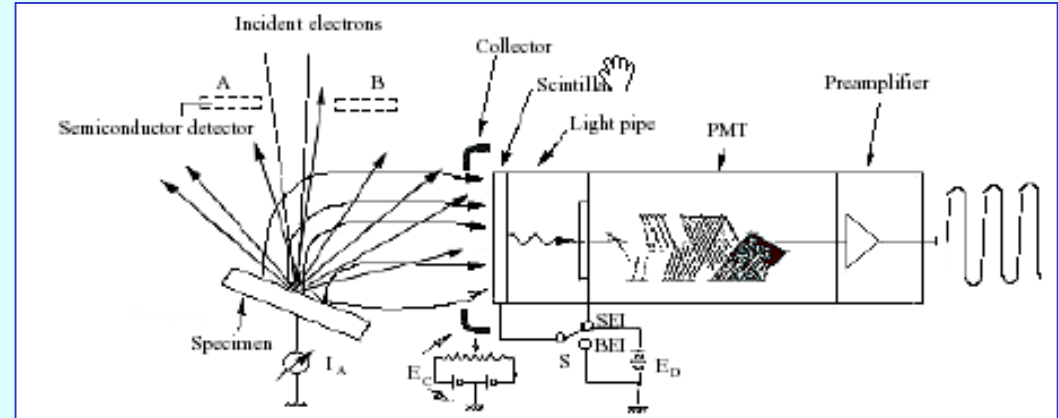
Per gli elettroni secondari il contrasto è prevalentemente morfologico. Oltre alla diversa densità di elettroni emersi a seconda della morfologia, bisogna anche tener presente la collocazione del rivelatore che contribuisce alla formazione di zone di luce e ombra.



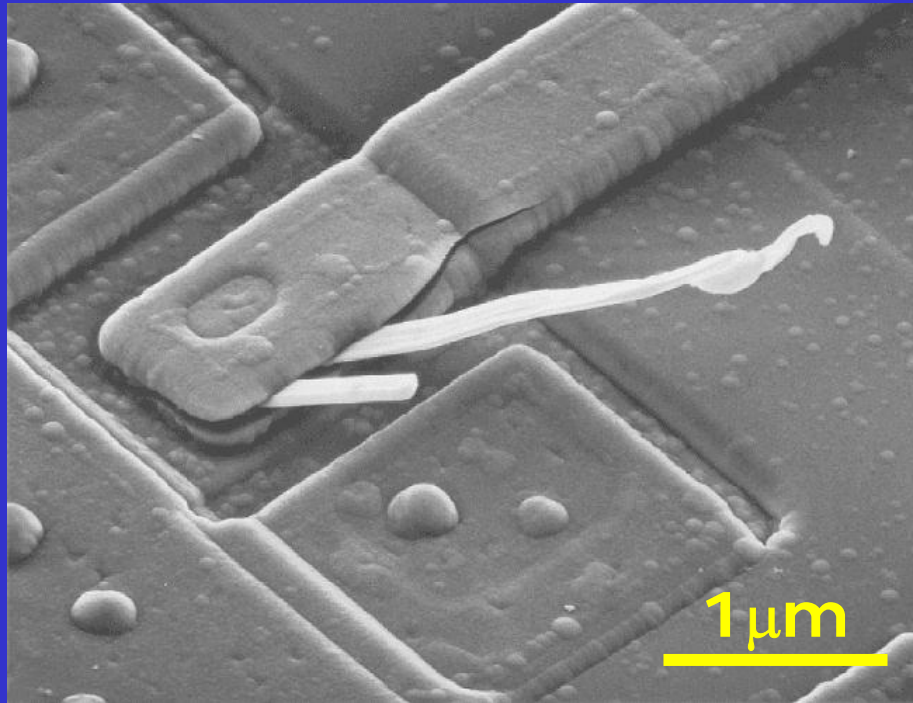
Luminosità e contrasto



È possibile variare la luminosità e il contrasto tra le varie zone agendo sull'angolazione del campione (TILT). Generalmente si lavora con un angolo di tilt non nullo per aumentare il n° di elettroni che raggiungono il detector.

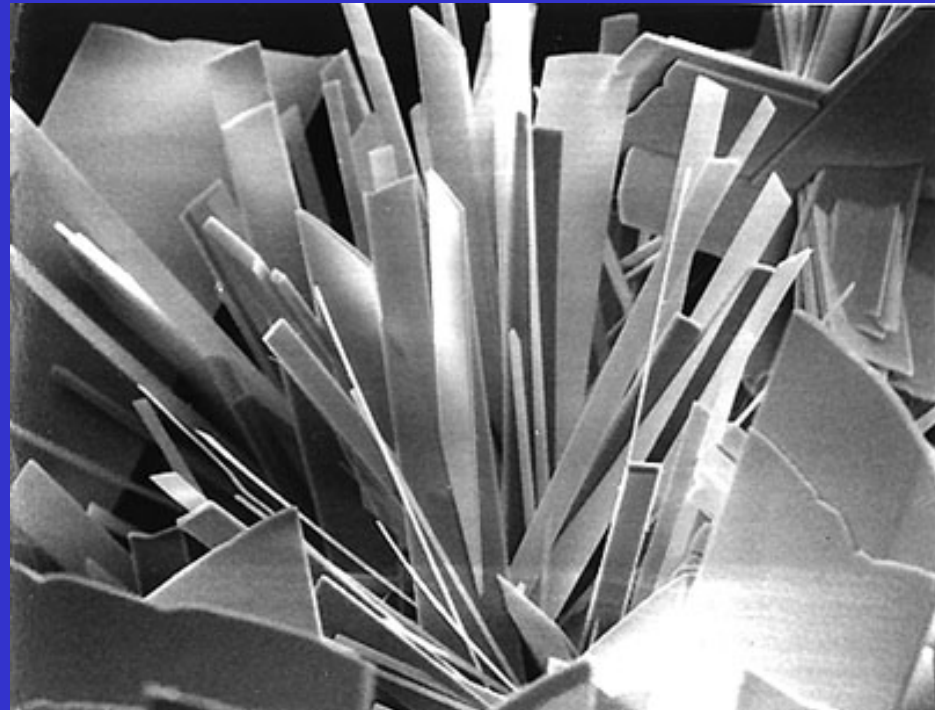


SE Images - Topographic Contrast



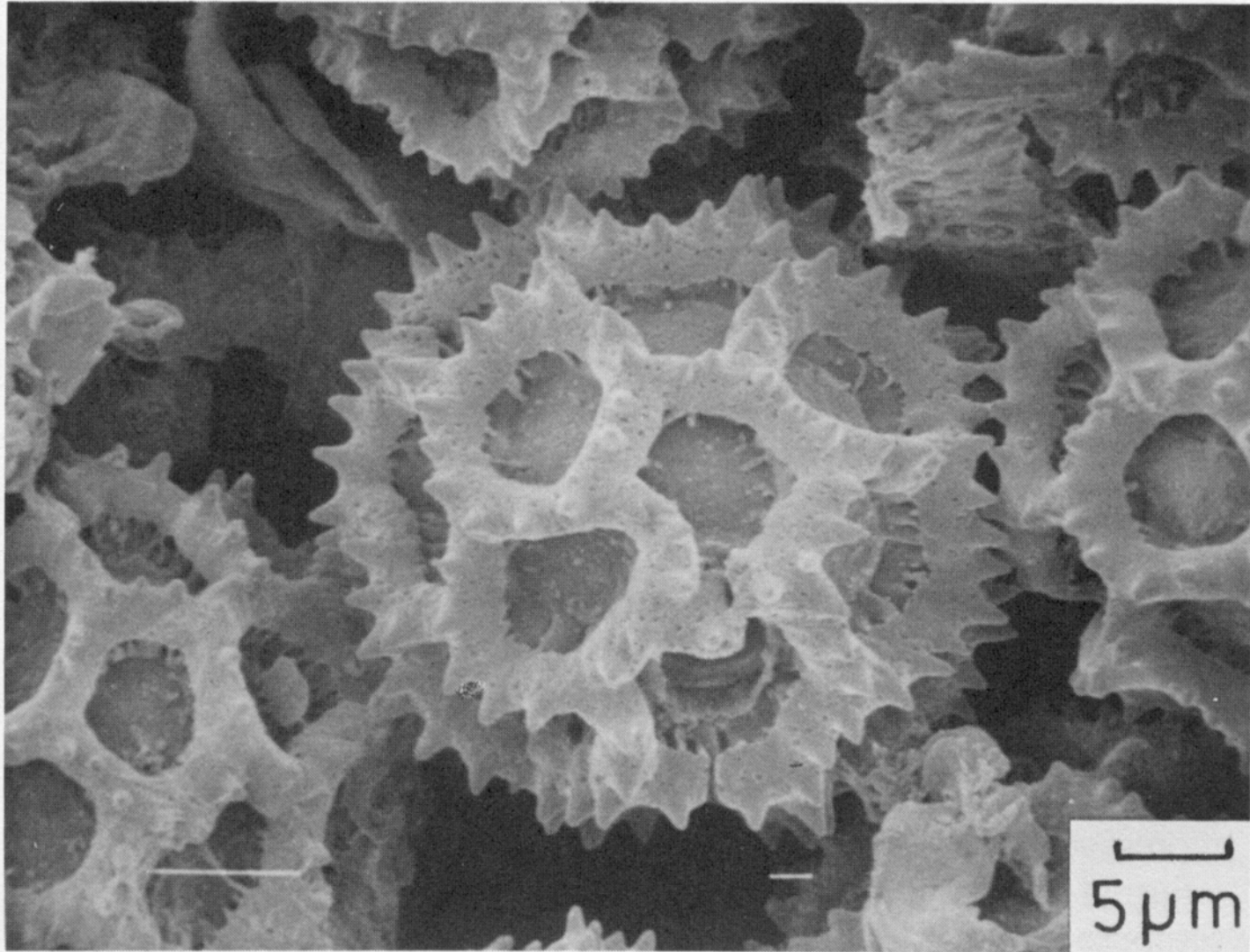
Defect in a semiconductor device

The debris shown here is an oxide fiber got stuck at a semiconductor device detected by SEM



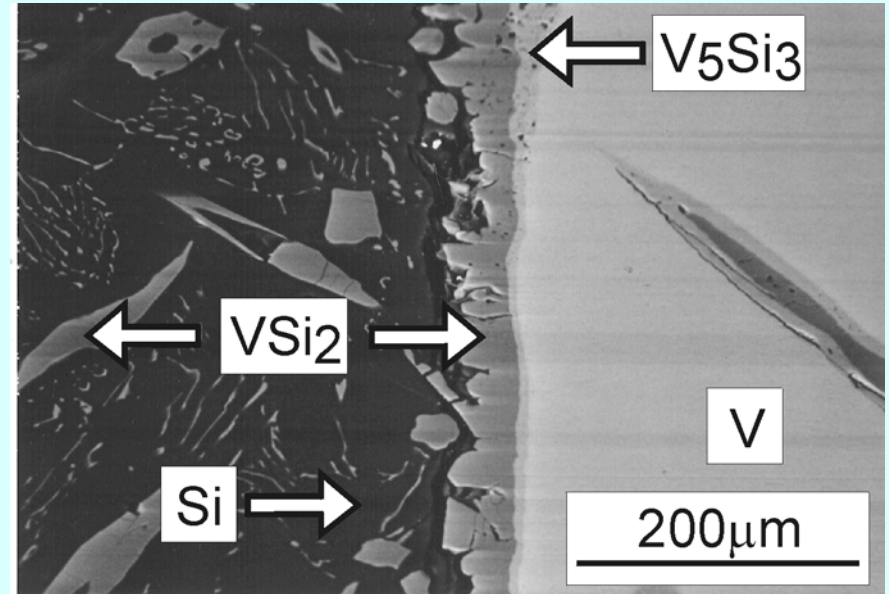
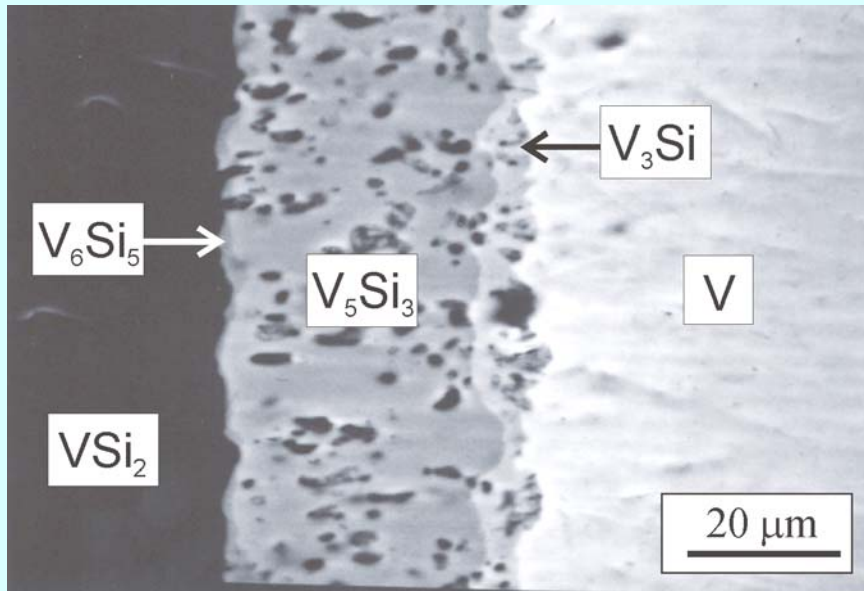
Molybdenum trioxide crystals

Luminosità e contrasto



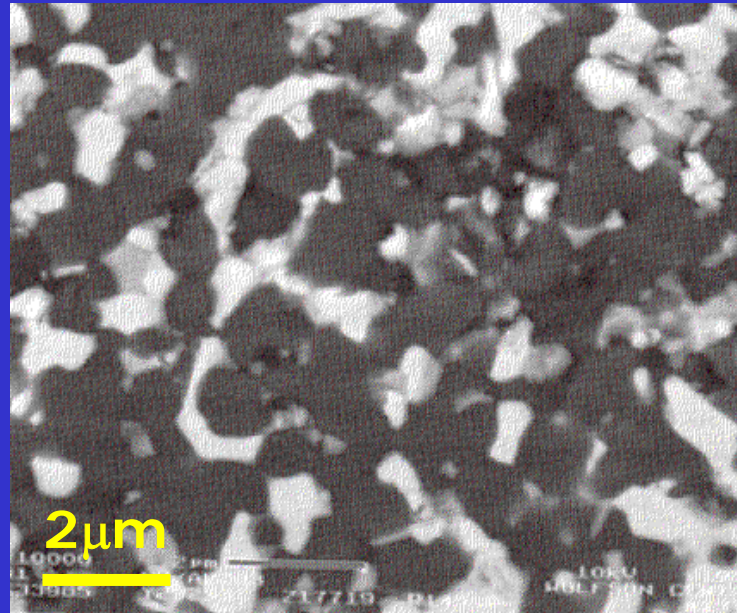
Luminosità e contrasto

Per gli elettroni retrodiffusi il contrasto è sia morfologico che composizionale morfologico. Per quanto riguarda gli elettroni BS bisogna ricordare con generalmente il rivelatore è coassiale col fascio elettronico per cui le zone di luce ed ombra possono non coincidere con quelle visualizzate utilizzando i SE.



Per vero contrasto puramente composizionale è necessario lavorare su campione perfettamente piatti: preparazione metallografica

BSE Image – Atomic Number Contrast



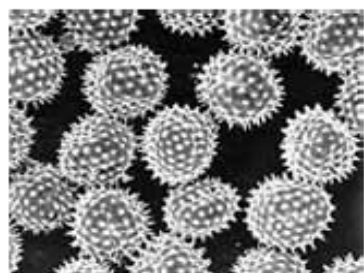
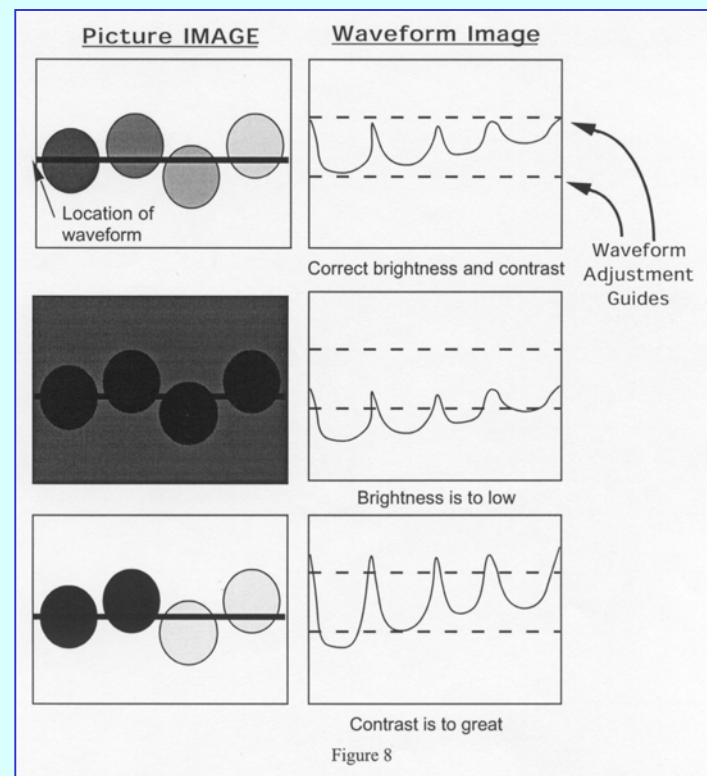
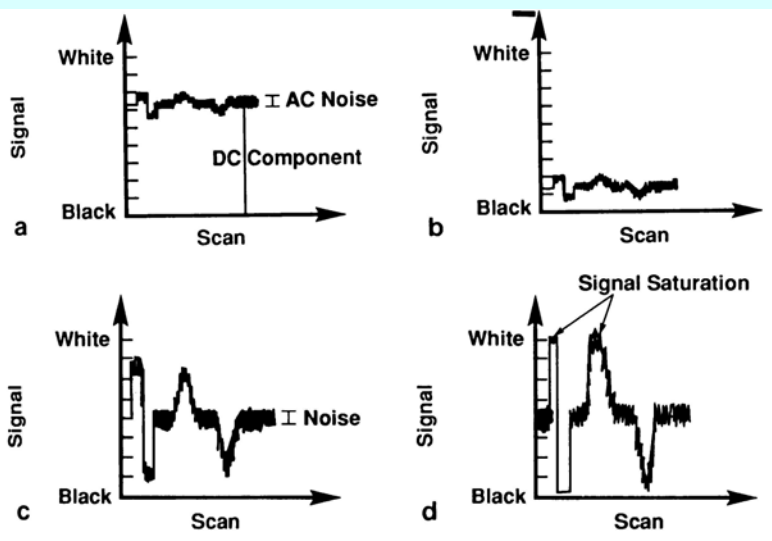
BSE atomic number contrast image showing a niobium-rich intermetallic phase (bright contrast) dispersed in an alumina matrix (dark contrast).

$$Z(\text{Nb}) = 41, Z(\text{Al}) = 13 \text{ and } Z(\text{O}) = 8$$

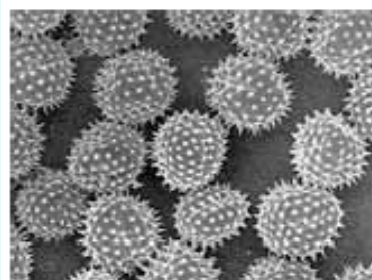
Alumina- Al_2O_3

Luminosità e contrasto

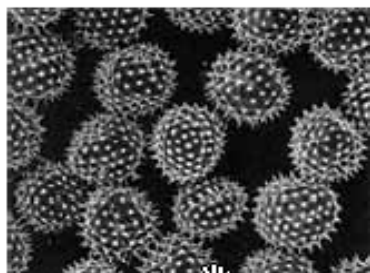
La luminosità e il contrasto possono ovviamente essere regolate a posteriori elettronicamente. La regolazione dei livelli è fatta visualizzando la luminosità del segnale lungo una linea orizzontale.



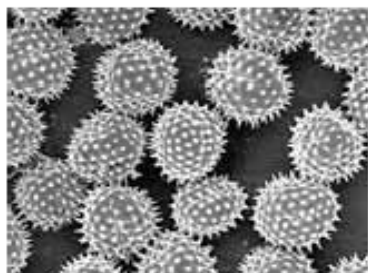
(1) Excessive contrast



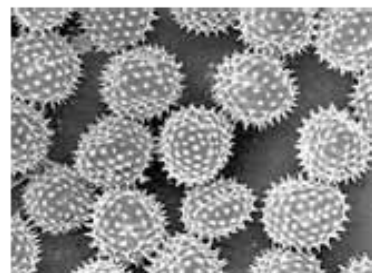
(5) Insufficient contrast



(2) Insufficient brightness



(3) Optimum contrast and brightness

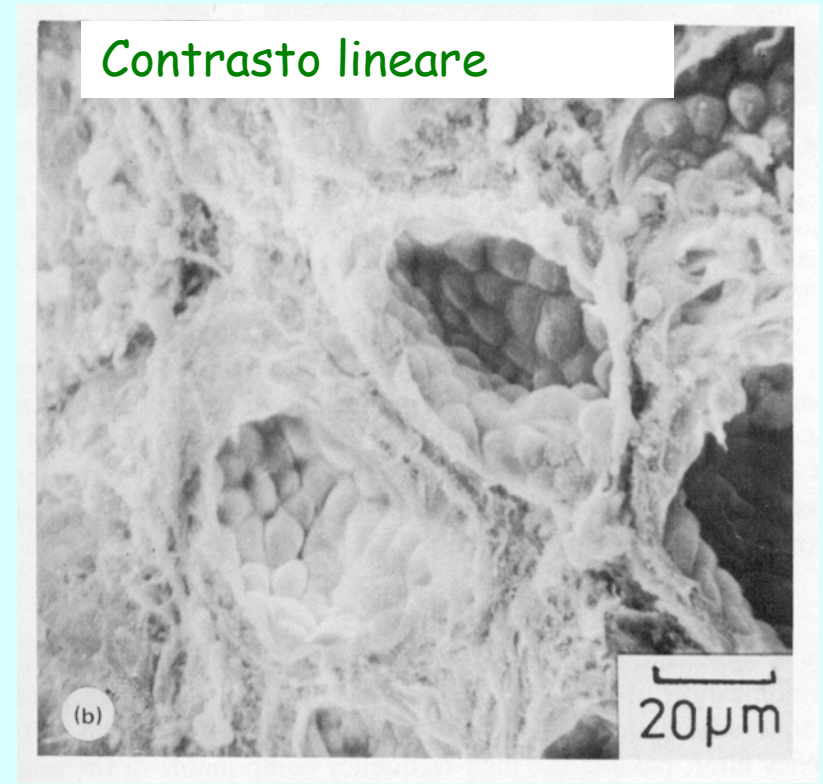
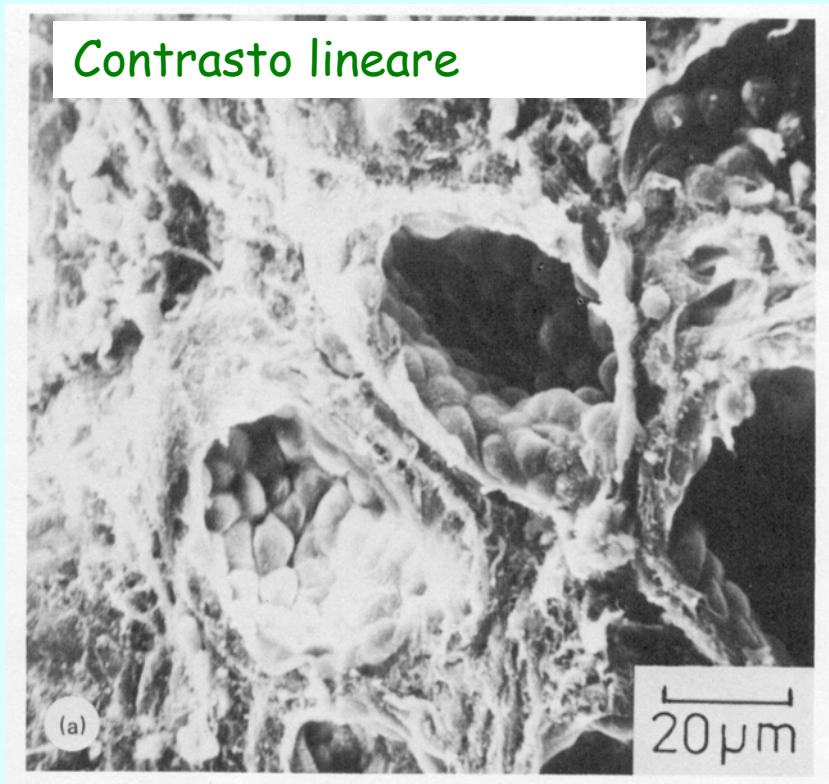


(4) Excessive brightness

Luminosità e contrasto

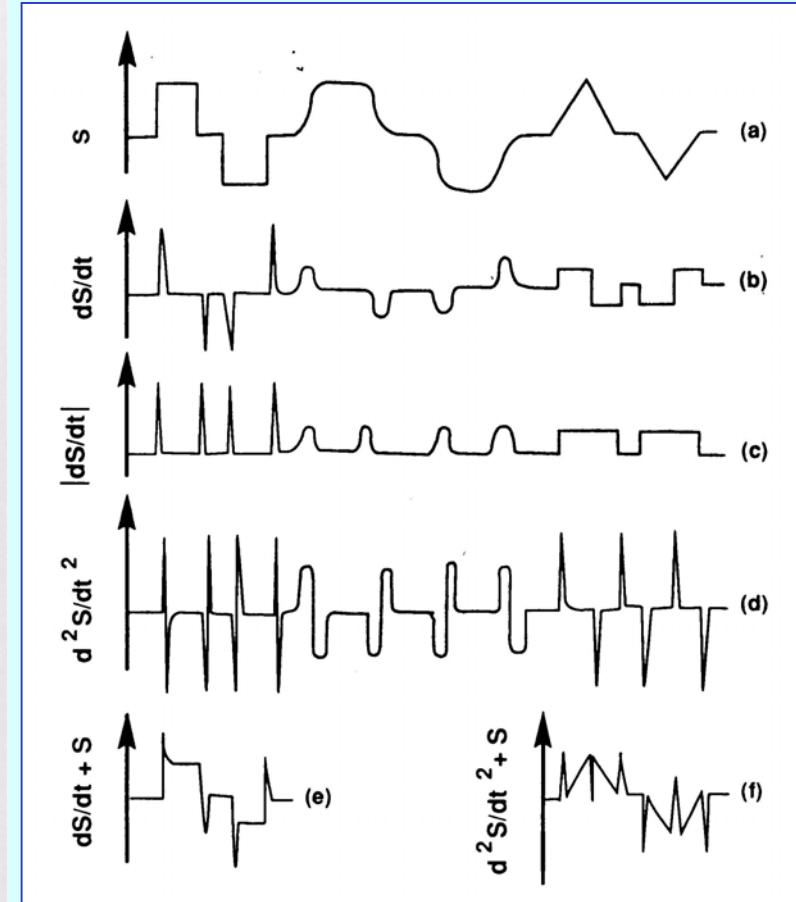
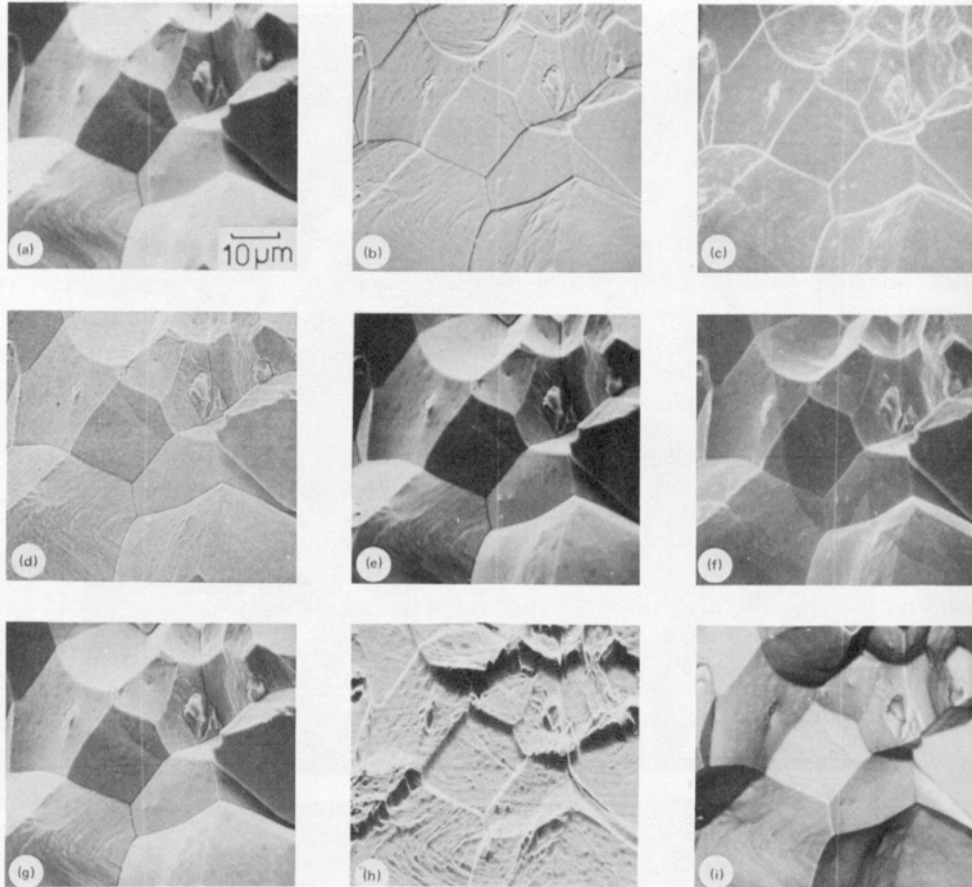
Spesso agire su luminosità e contrasto non è sufficiente per un'ottimale visualizzazione del campione. Ad esempio è difficile visualizzare zone molto scure, ad esempio all'interno delle cavità, senza mandare in saturazione le altre parti del campione.

Si usa in questo caso un contrasto non proporzionale detto gamma contrast che agisce in modo più efficace sulle zone scure che su quelle chiare.



Luminosità e contrasto

Altri tipi di manipolazione matematica del segnale (in genere derivazioni) vengono utilizzati per particolari esigenze come contrastare gli spigoli etc. possono essere facilmente impiegati.



Preparazione del campione

Il campione deve essere conduttore e collegato alla terra per evitare l'accumulo di cariche elettrostatiche. Se dobbiamo analizzare un materiale isolante questo va ricoperto con uno strato di materiale conduttore (Au, grafite).

Lo strato deve essere molto sottile per non perdere informazioni morfologiche e per non avere interferenza con l'emissione degli elettroni secondari e retrodiffusi.

Esistono due tecniche di deposizione di questi strati:

Sputtering

Evaporazione in vuoto

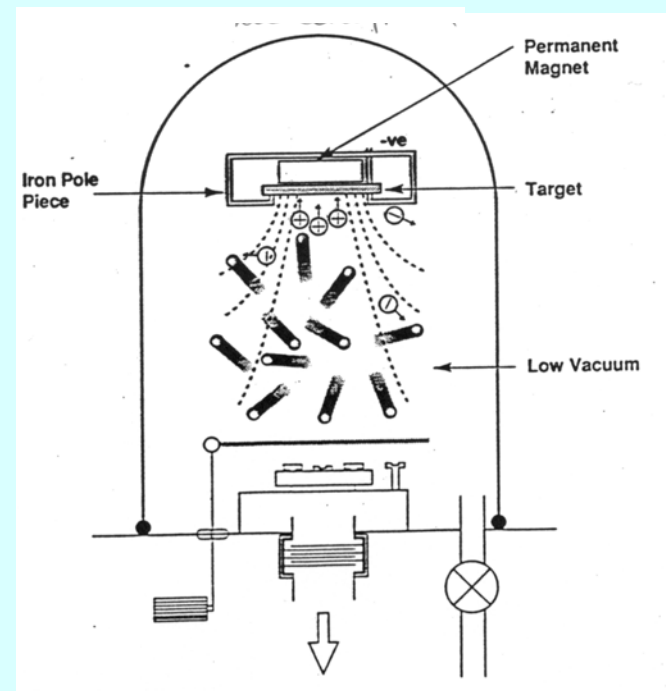
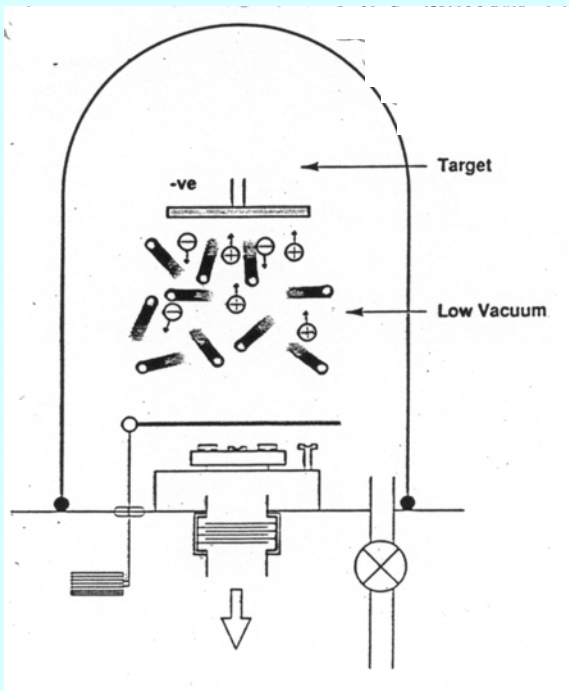
Preparazione del campione

Sputtering

E' il metodo più diffuso perché è **semplice**, **rapido** e **poco costoso**.

Si lavora un basso vuoto e si impone una forte differenza di potenziale tra il target (catodo) e l'anodo su cui si appoggia il campione. Il ΔV ionizza il gas formando un plasma. Gli ioni positivi colpiscono il target ed emettono atomi metallici carichi negativamente.

Questi vengono accelerati verso l'anodo e si depositano sul campione ricoprendolo.



Preparazione del campione

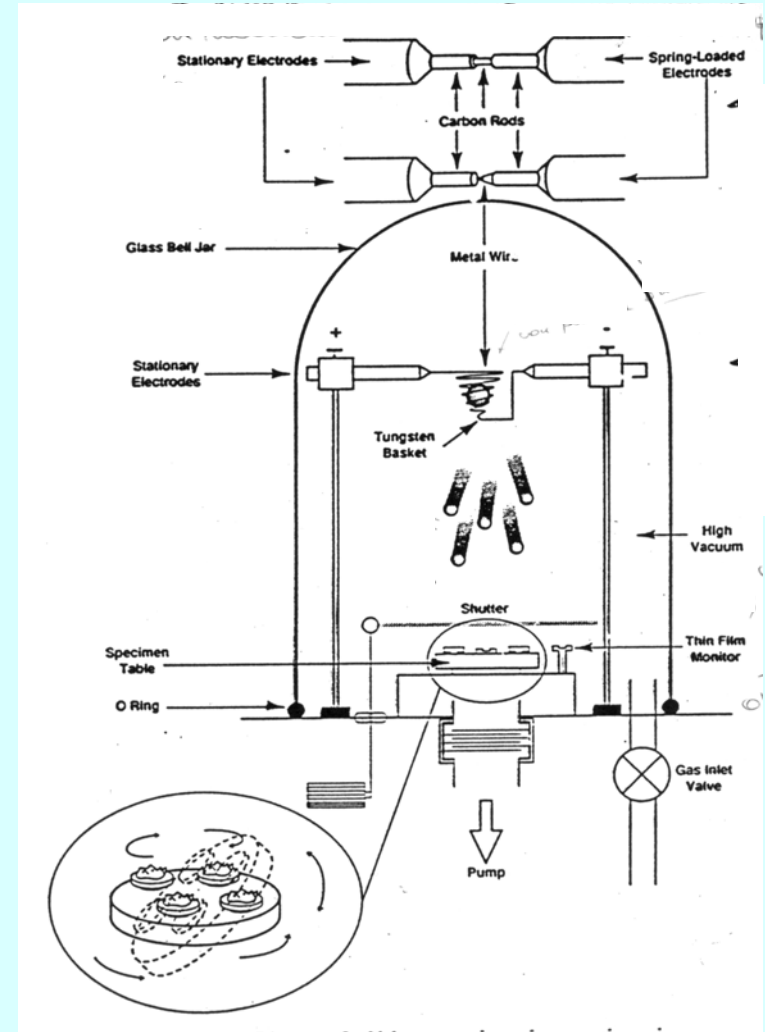
Evaporazione

Si crea un arco tra due elettrodi di grafite, uno piatto e l'altro a punta. L'aumento di temperatura causa l'evaporazione della grafite.

Rispetto allo sputtering richiede la presenza di un vuoto più spinto (pompa a diffusione).

Richiede molto più tempo per la preparazione del campione ed ha lo svantaggio che gli atomi di grafite viaggiano lungo traiettorie geometriche (non ho plasma) e quindi non riesco a ricoprire le zone nascoste.

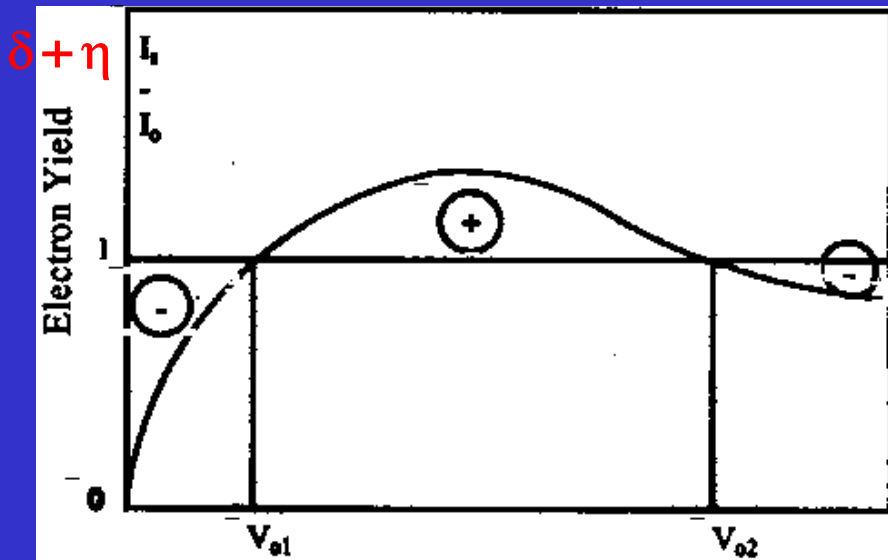
Il vantaggio principale sta nel basso n° atomico del C che non dà molta meno interferenza rispetto all'oro.



Low Voltage Operation

Imaging insulating materials without any conducting coating

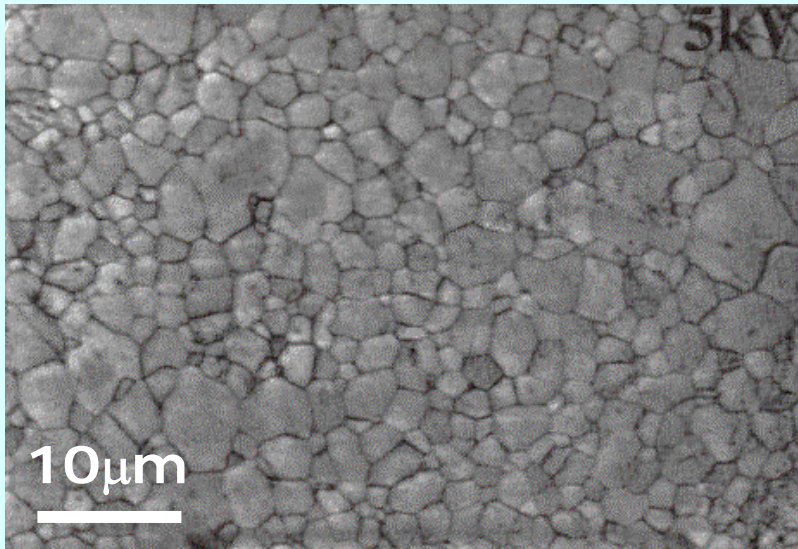
- Charging of samples arises from difference between number electrons arriving and leaving
- When $I_{\text{beam}} = I_{\text{SE+BE}}$, the electron yield is unity only at V (accelerating voltage) = V_{o1} and V_{o2}



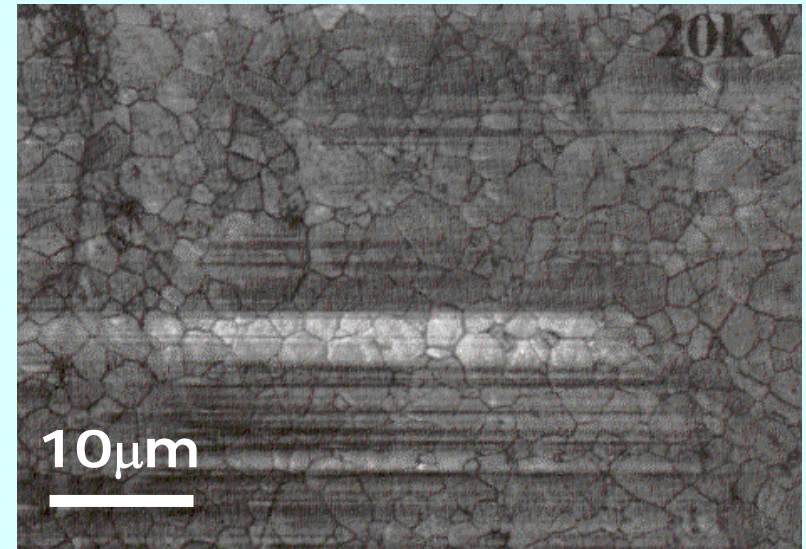
It is desirable to operate with $V_{o1} < V < V_{o2}$ and this can be achieved with V set to $\sim 1\text{keV}$.

But, brightness $\propto V$

Effect of Voltage on SE Image

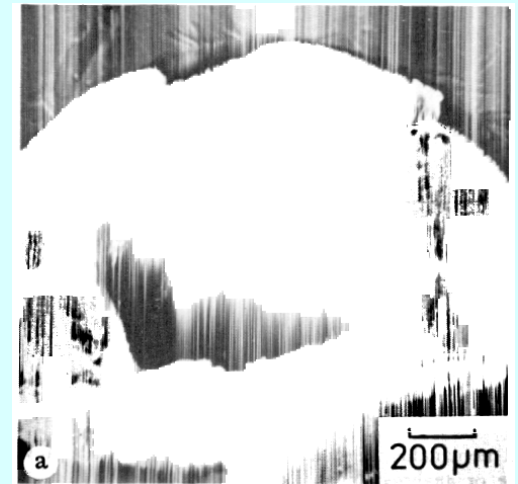


(a)



(b)

SE micrographs of thermally etched polycrystalline alumina, recorded by using (a) 5kV electrons, to minimize charging, (b) 20kV electrons. No conductive coating was applied to the specimen. (c) 30kV, Gross charging effects during examination of bare Teflon.



(c)

X-ray Spectroscopy-Chemical Analysis in SEM

- X-rays are produced when energetic electrons strike a solid sample
- By measuring and analyzing the energy and intensity distribution of the X-ray photons $E \text{ (eV)} = hc/\lambda \text{ (nm)}$ elemental concentration or composition of the sample can be determined

There are two ways to measure the energy distribution of X-rays emitted from sample:

- Energy dispersive spectroscopy (EDS)
- Wavelength dispersive spectroscopy (WDS)

Microsonda elettronica

La microsonda elettronica serve per l'analisi dei raggi X emessi dal campione.

L'analisi dei raggi X permette di ottenere una valutazione qualitativa e quantitativa (in presenza di una opportuna standardizzazione) delle specie atomiche presenti.

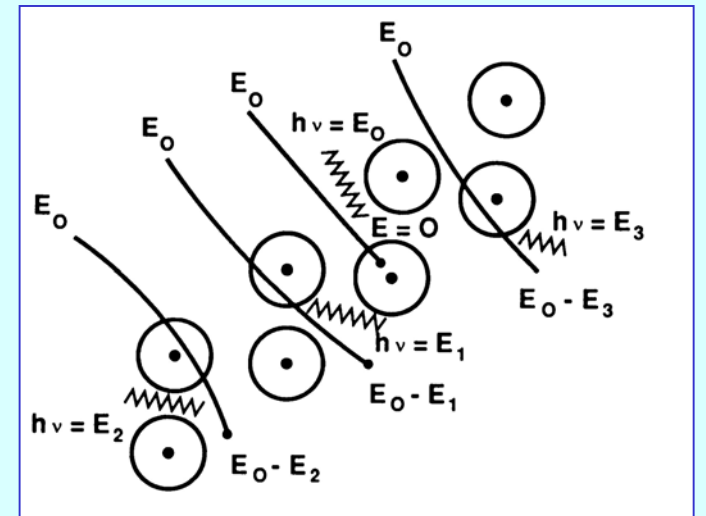
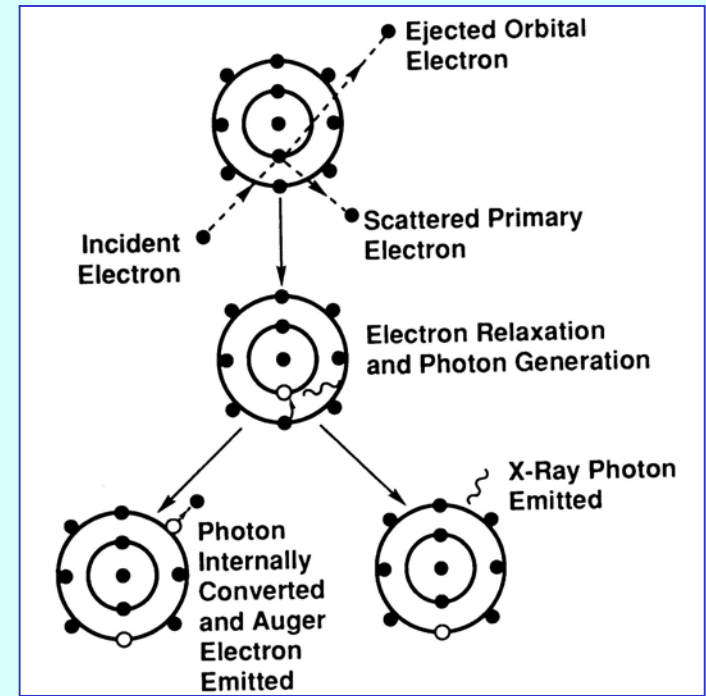
I raggi X prodotti sono di due tipi:

Bremsstrahlung (o spettro continuo)

Caratteristici (da ionizzazione)

I primi costituiscono il fondo dello spettro X e non hanno alcuna utilità analitica.

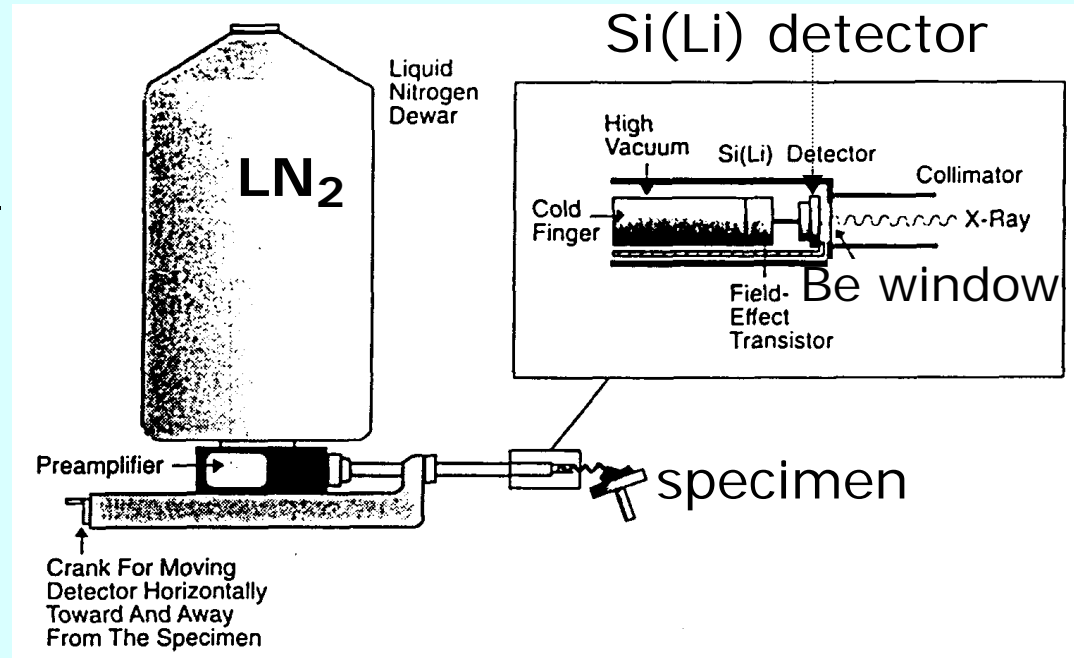
I secondi sono quelli caratteristici delle specie atomiche e danno luogo ai picchi.



EDS - Basics

$$E \text{ (eV)} = hc/\lambda \text{ (nm)}$$

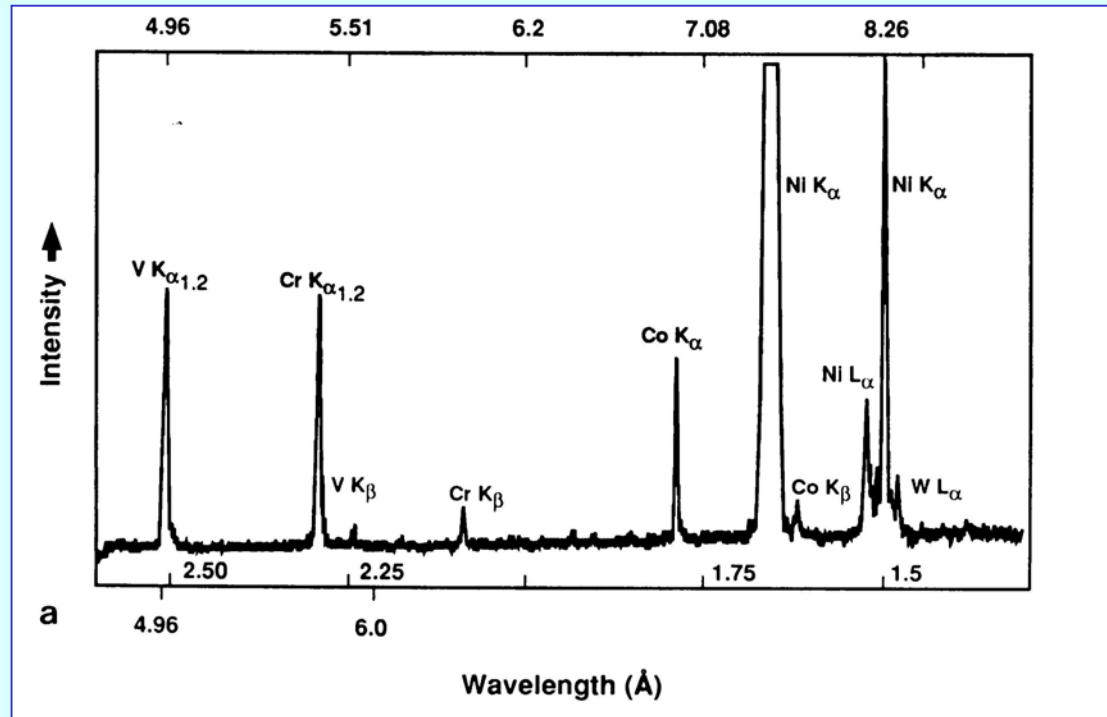
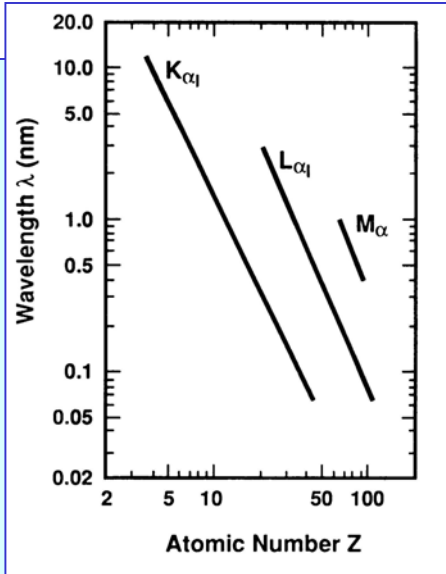
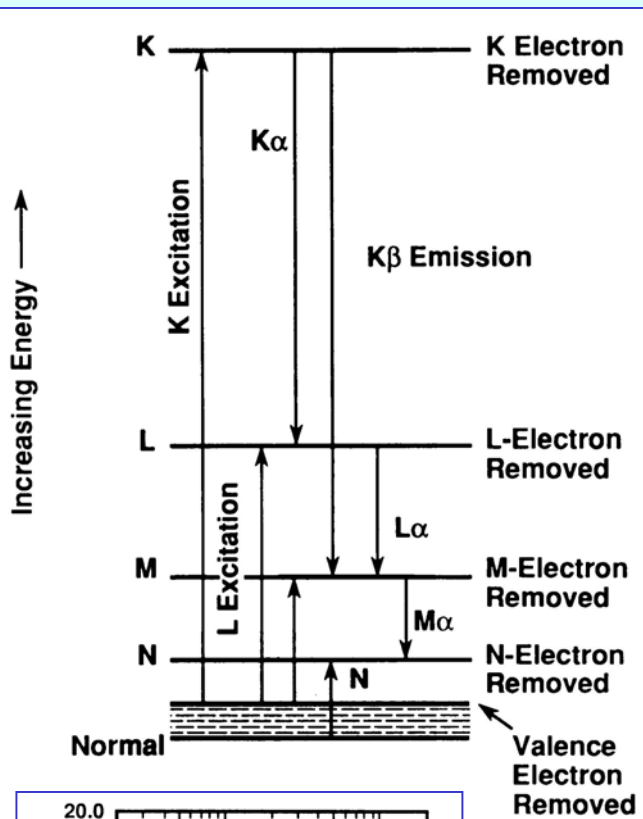
- In most of the modern EDS system, a **semiconductor detector** is used for measuring the energy of the x-ray photon emitted from the specimen. The X-ray energy is displayed as a histogram of number of photons versus energy.
- **Liquid nitrogen** is for **cooling the detector** so as to reduce noise caused by thermal excitation.
- A **window** is therefore required for **protecting the detector against condensation** when the sample chamber is opened.



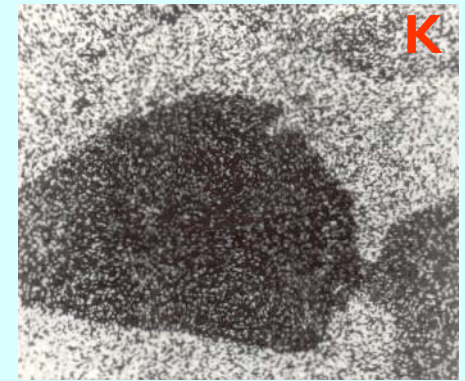
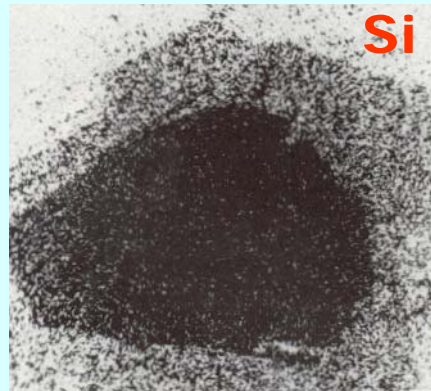
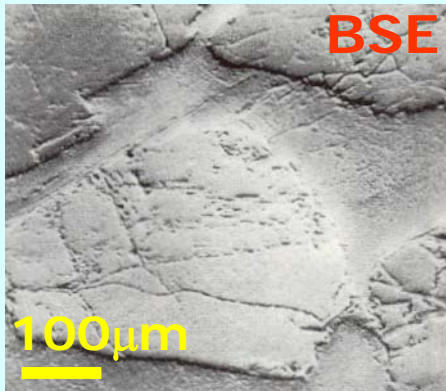
Owing to the use of Be window, only elements higher than Be can be detected.

Microsonda elettronica

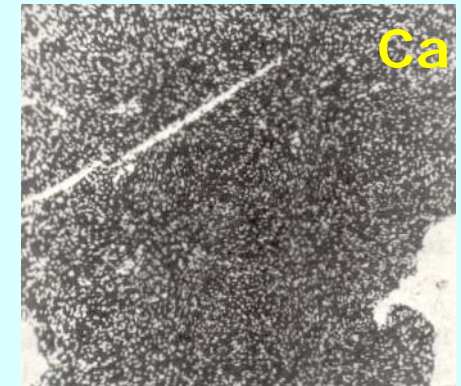
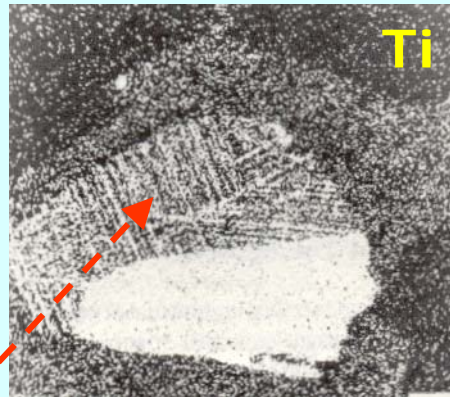
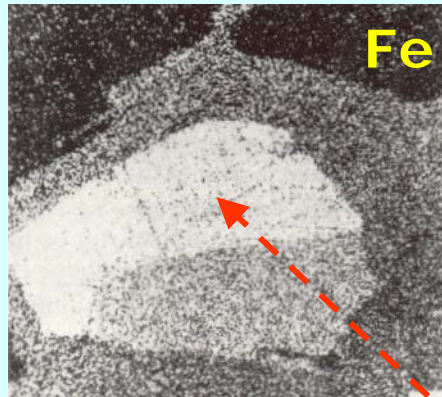
Per ciascun atomo abbiamo una serie di righe spettrali corrispondenti alle varie possibili transizioni elettroniche coinvolte.



X-ray Mapping Function

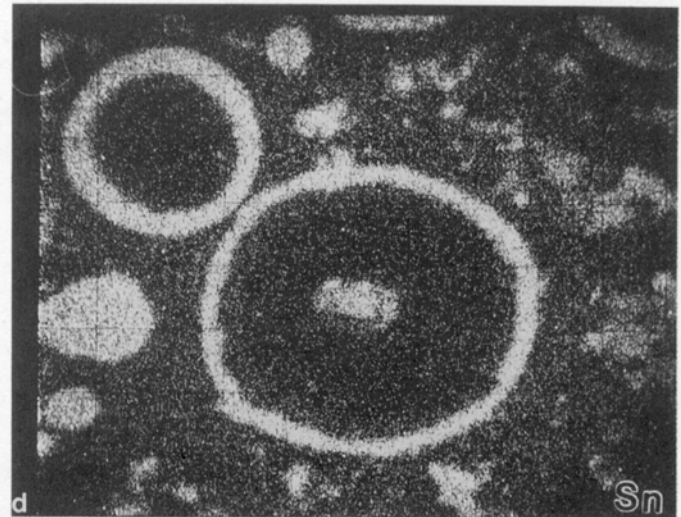
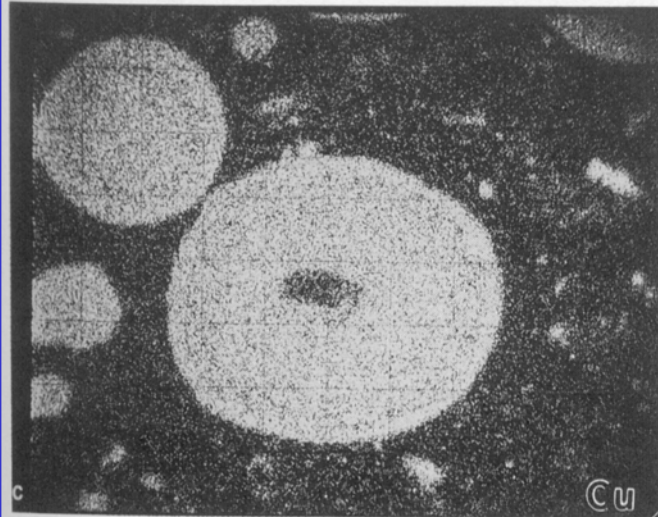
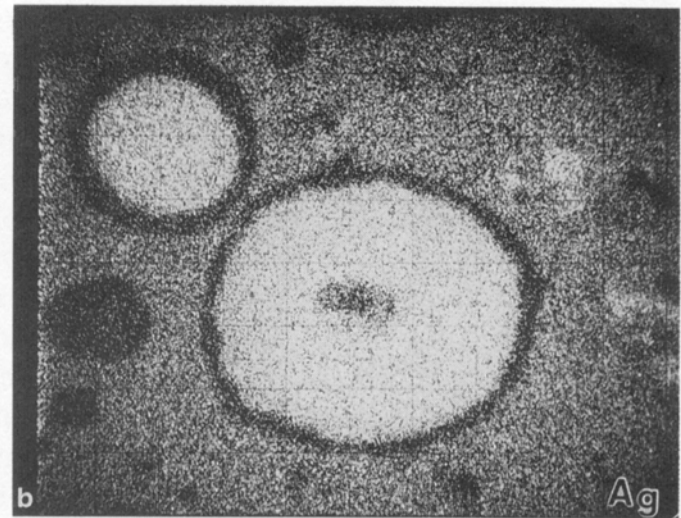
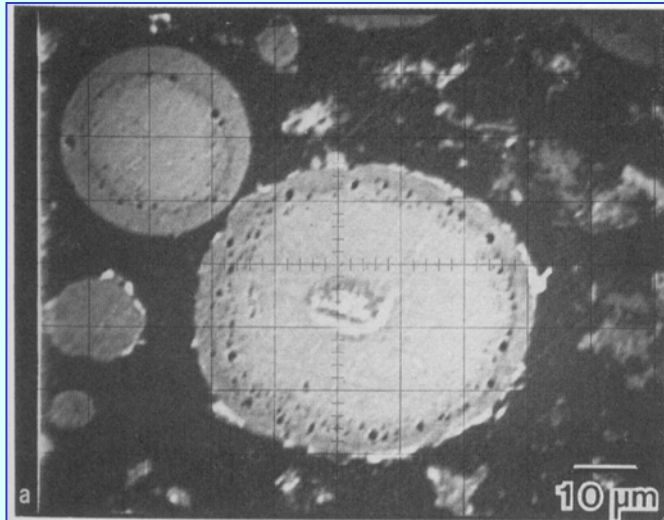


An oxide grain surrounded by feldspath and mica

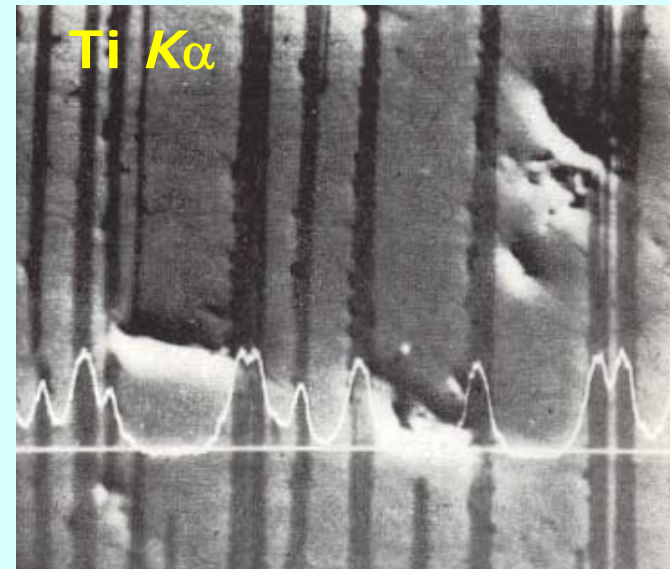
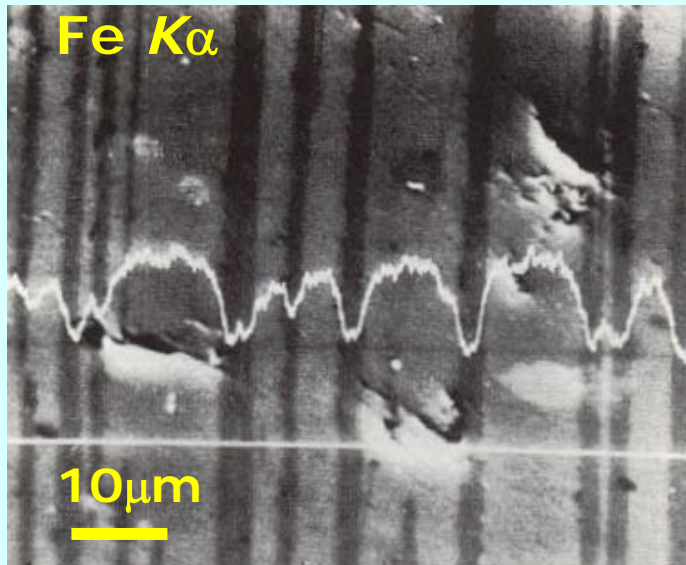


Lamellar structure of the Fe-Ti phase

Dot maps



X-ray Linescan



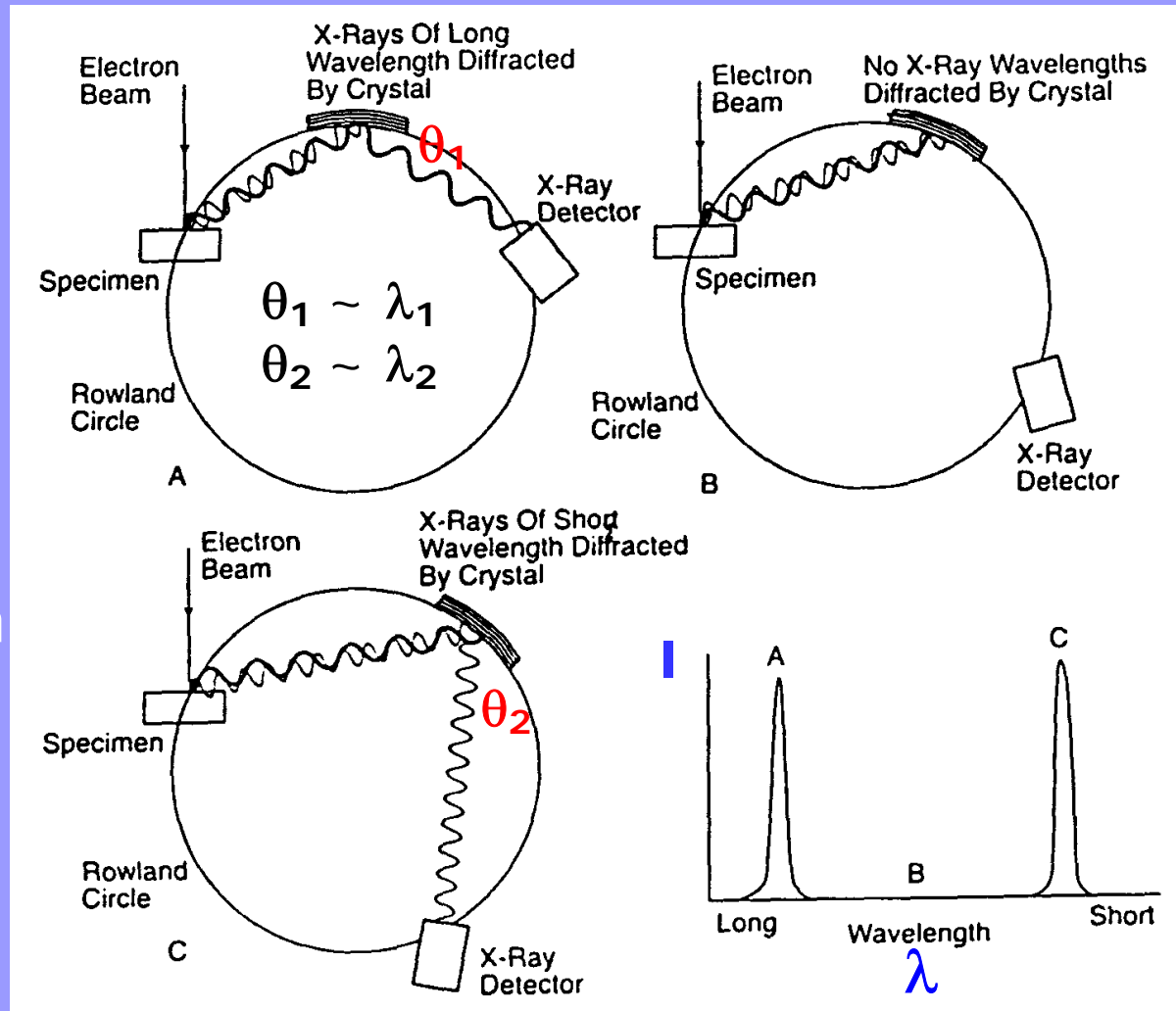
Lamellar structure of the Fe-Ti phase with superposed X-ray linescans of Fe $K\alpha$ and Ti $K\alpha$.

WDS - Basics

$$E \text{ (eV)} = hc/\lambda \text{ (nm)}$$

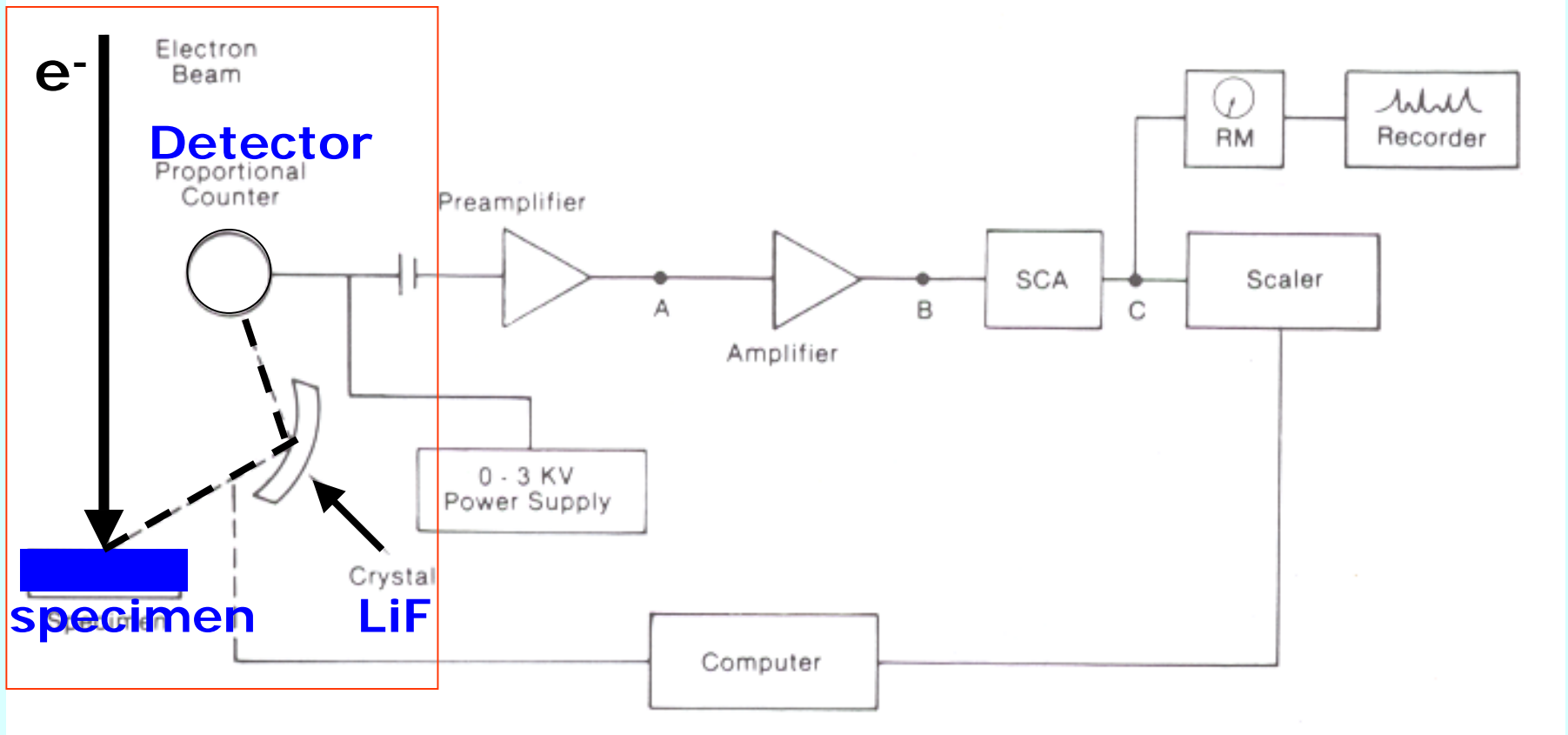
$$\text{Bragg's Law: } 2d \sin\theta = \lambda$$

- A crystal of fixed **d** is moved along a circle to vary θ so that x-ray of different λ is recorded.
- No window needed, therefore **light elements** can be detected
- Peak **very sharp**
- Very **large S/N ratio** c.f. EDS.



λ

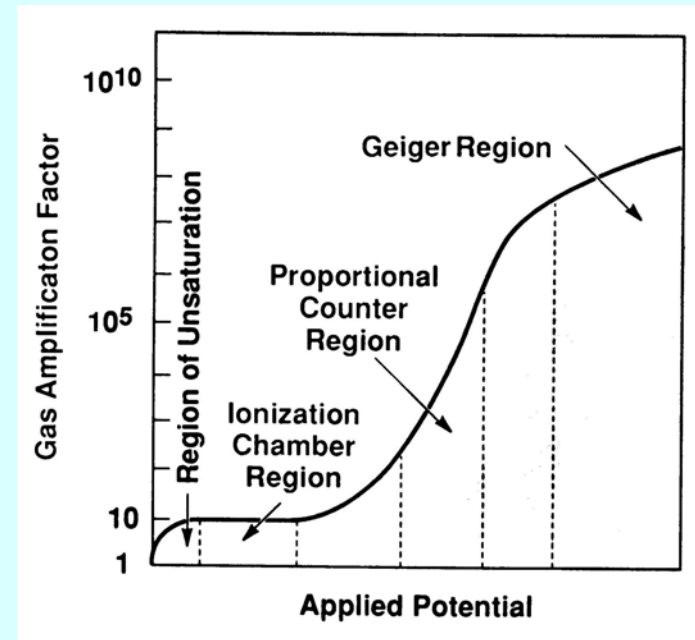
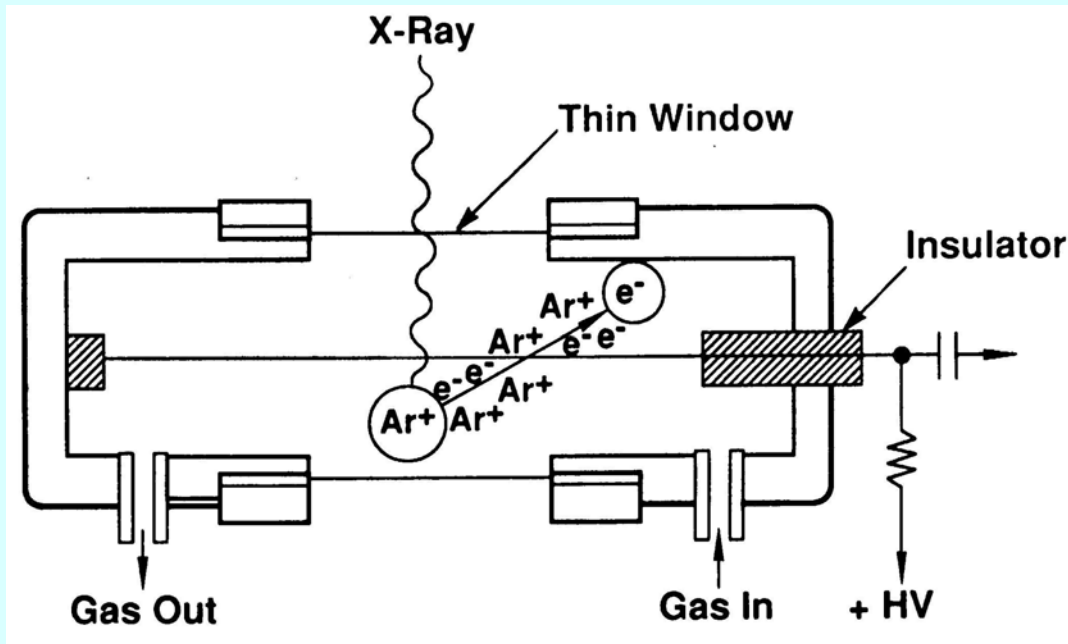
WDS - Basics



X-ray is diffracted by LiF crystal and detected by a proportional counter, and then amplified, processed. X-ray intensity is displayed as a function of λ .

Microsonda elettronica

Rivelatore di raggi X

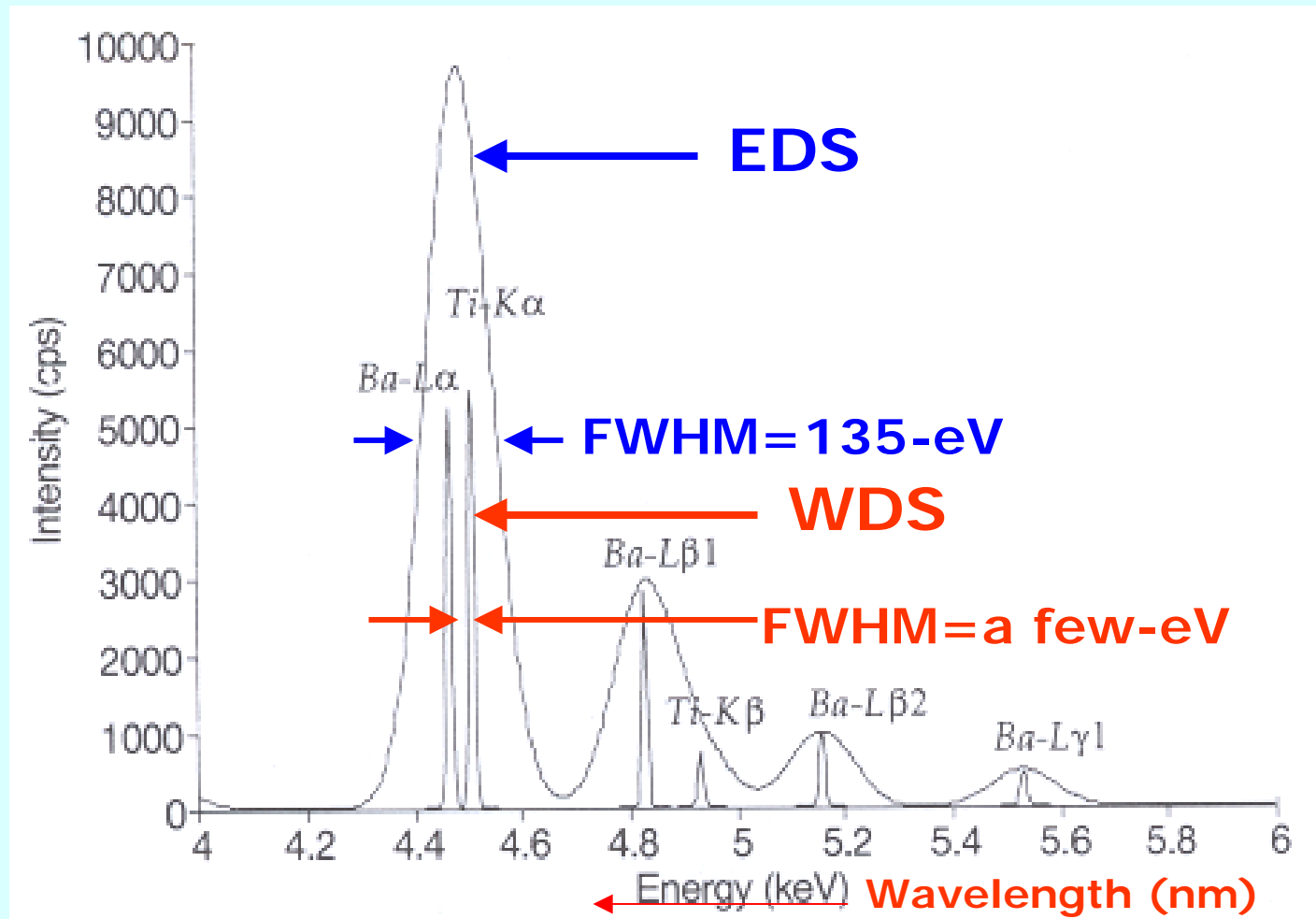


EDS vs WDS

| | WDS | EDS |
|--------------------|---------------------|------------------------------------|
| Spectra Acceptance | one element per run | entire spectrum in one shot |
| Collection time | tens of min | mins |
| Resolution | ~a few eV | ~130eV |
| Probe size | ~200nm | ~5nm |
| Count rate | ~50000 cps | <2000 cps |
| Detection limits | 100ppm | 1000ppm |
| Accuracy | ~4-5wt% | ~4-5wt% |
| Spectral artifacts | rare | peak overlap absorption etc. |

cps - count/second on an X-ray line

EDS vs WDS



Superposed **EDS** and **WDS** spectra from BaTiO₃. The **EDS** spectrum shows the strongly overlapped Ba L α ₁-Ti K α and Ba L β ₁-Ti K β peaks. The **WDS** peaks are clearly resolved.

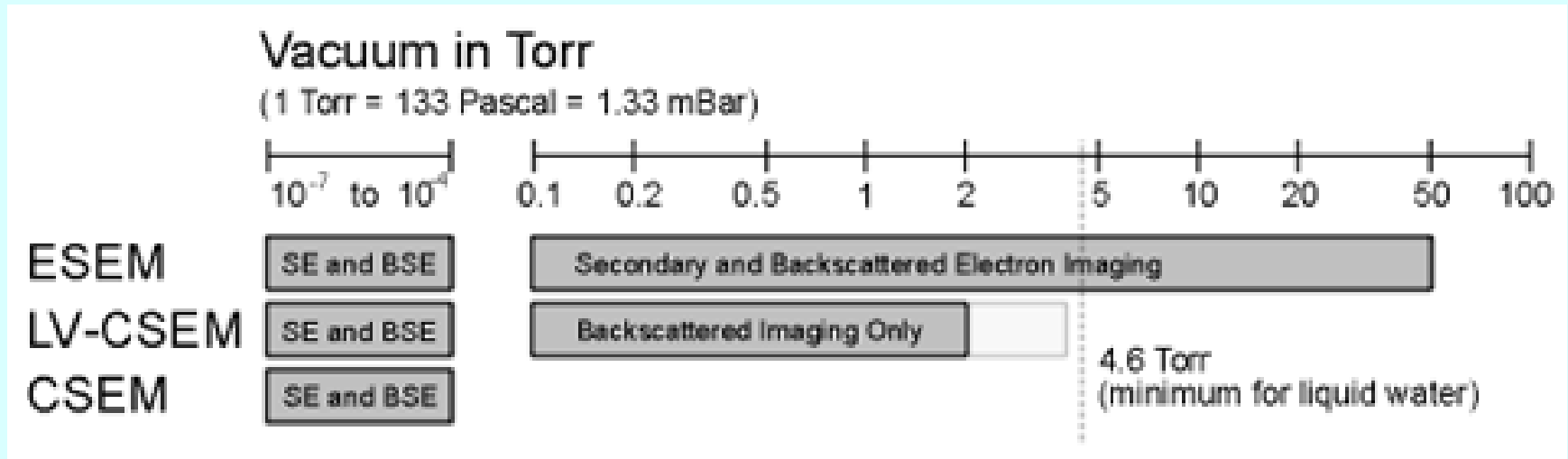
Environmental SEM (ESEM) and Low Vacuum Conventional SEM (LV-CSEM)

- Aim to look at hydrated and liquid samples
- 4.6 torr is the minimum vapor pressure required to maintain liquid at 0°C

Key technologies:

Multiple pressure limiting apertures

Environmental secondary electron detectors



ESEM vs LV-CSEM

LV-CSEM

One PL aperture

BSE imaging only

Use dry N or air

ESEM

Two PL aperture

BSE and SE imaging

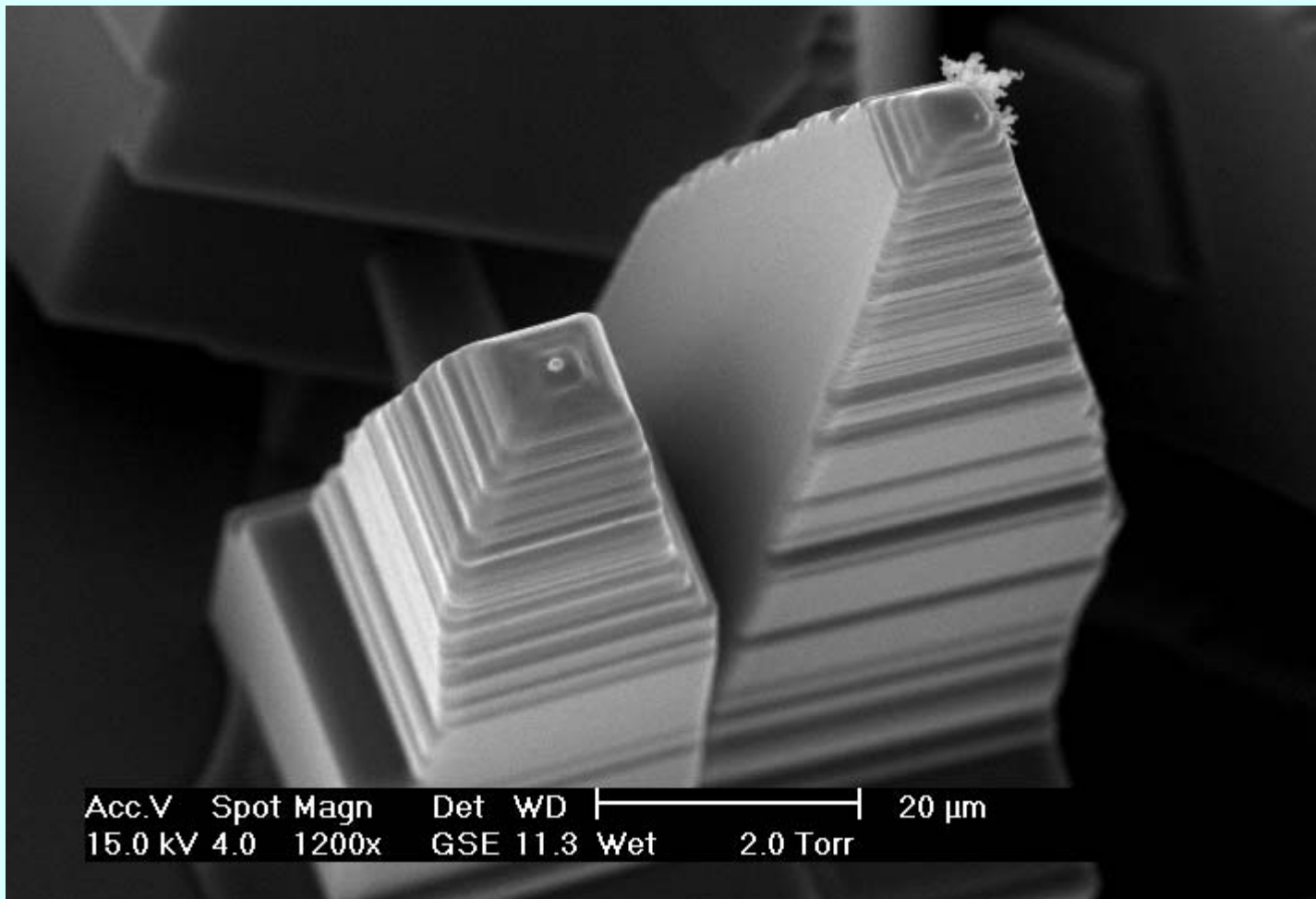
Use any gas for media

Applications

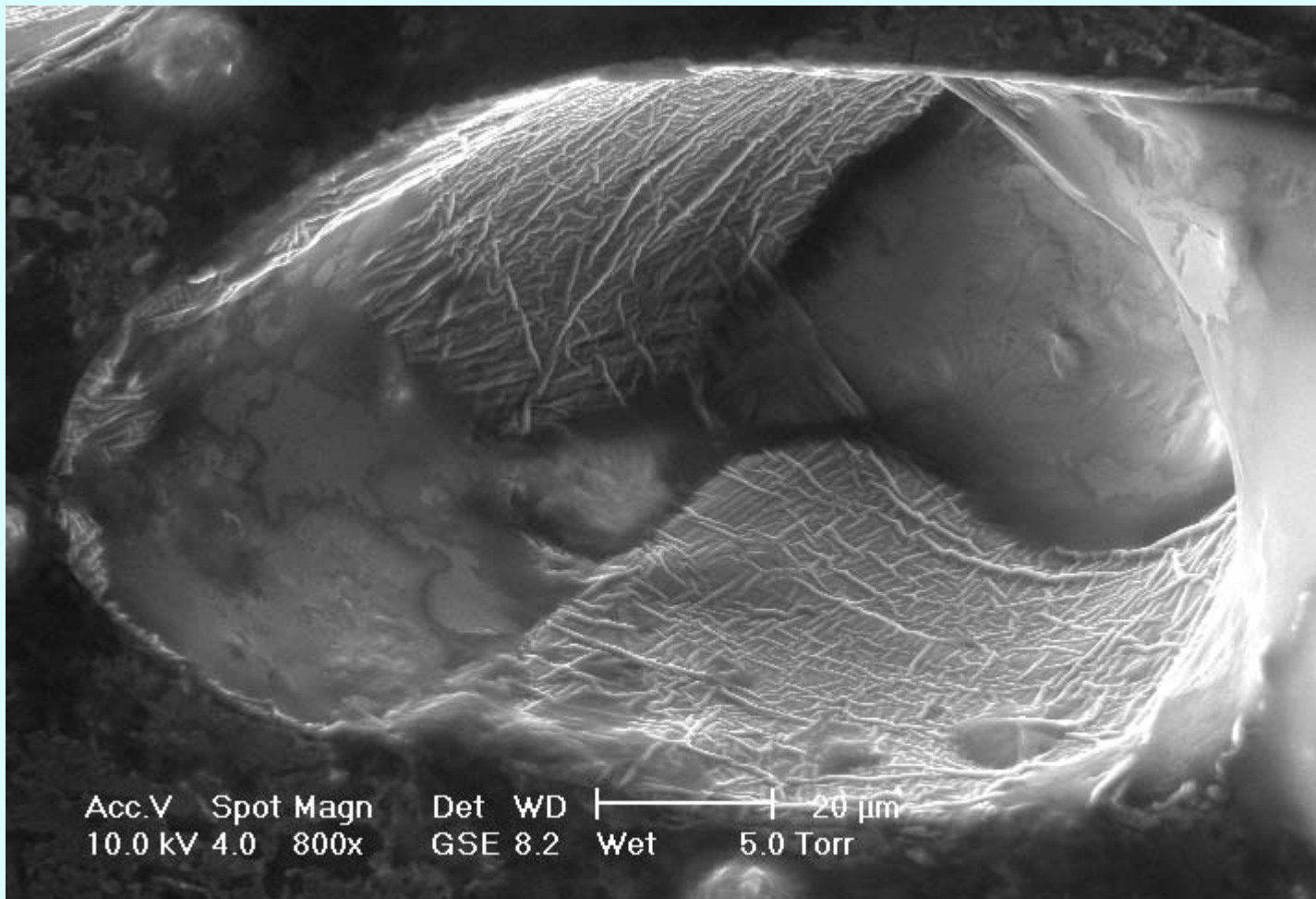
- Cement science-how water reacts with cements to produce strength, stiffness and permeability, and effects of additives on the cementing process
- Wet samples, drying, melting, crystallization
- Dynamic testing, heating, cooling, mechanical
- Chemistry (ESEM)
- Polymers, biology samples, soil science, catalysis, etc.

PL-pressure limiting

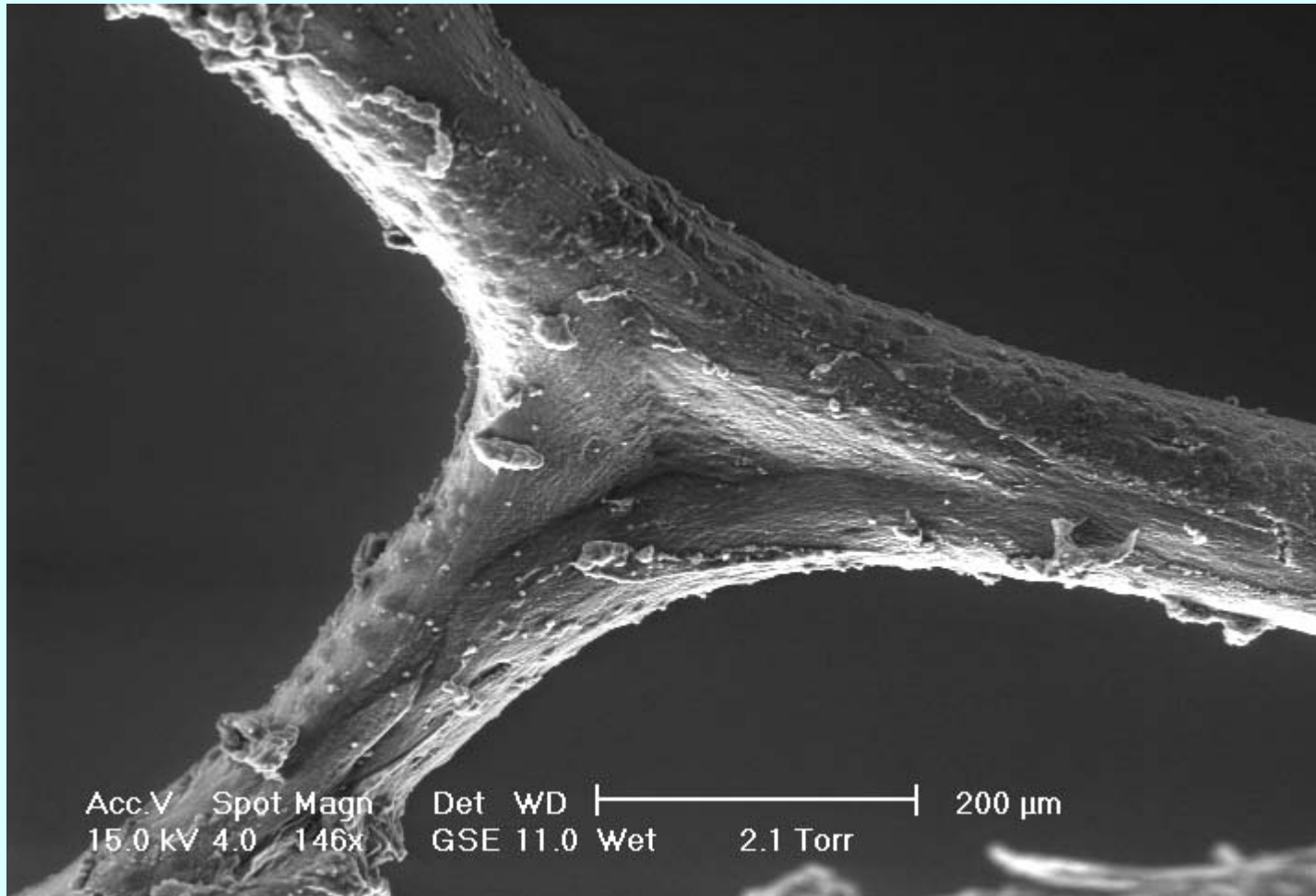
Crescita di cristalli di cloruro di piombo



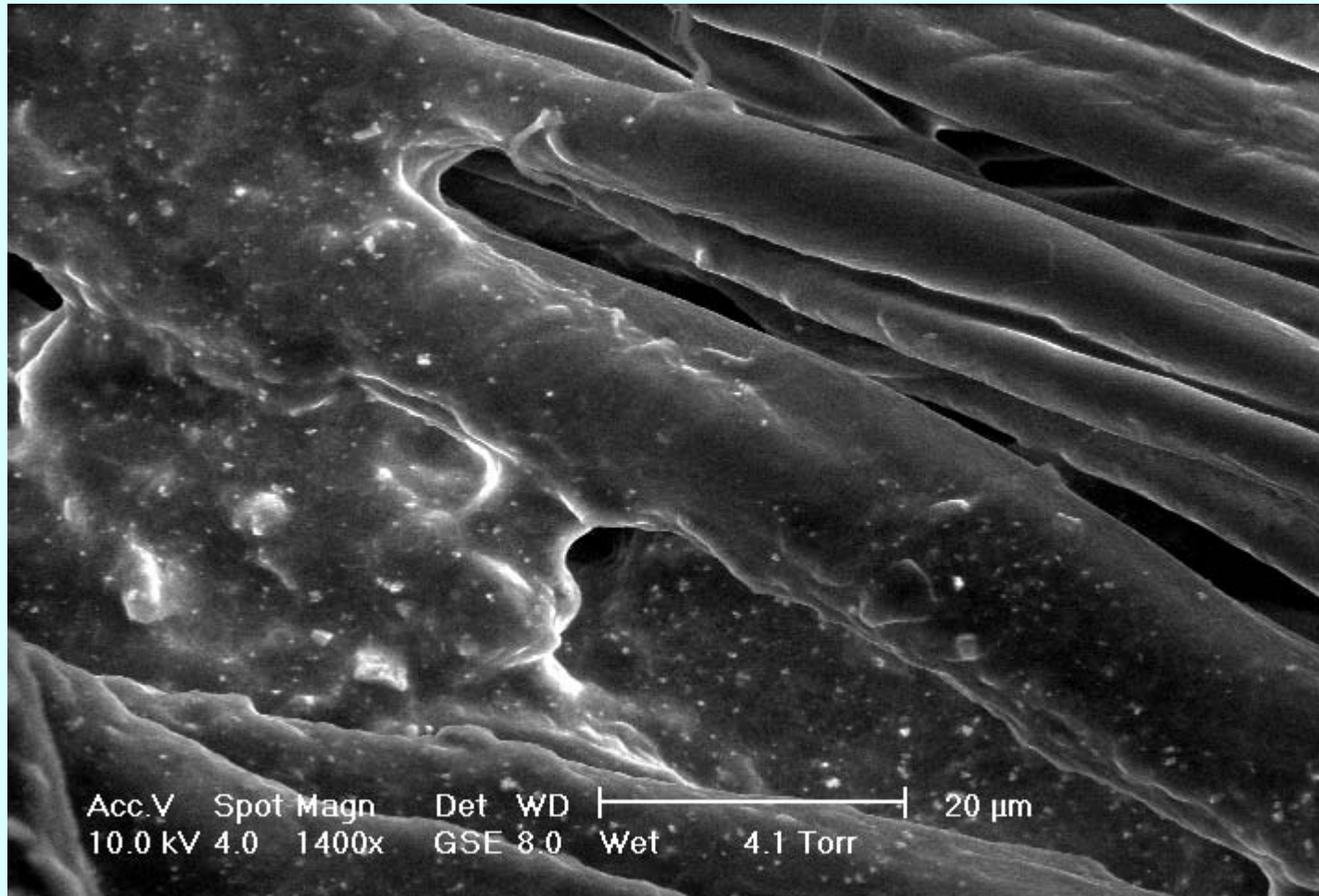
Sezione di patatina fritta



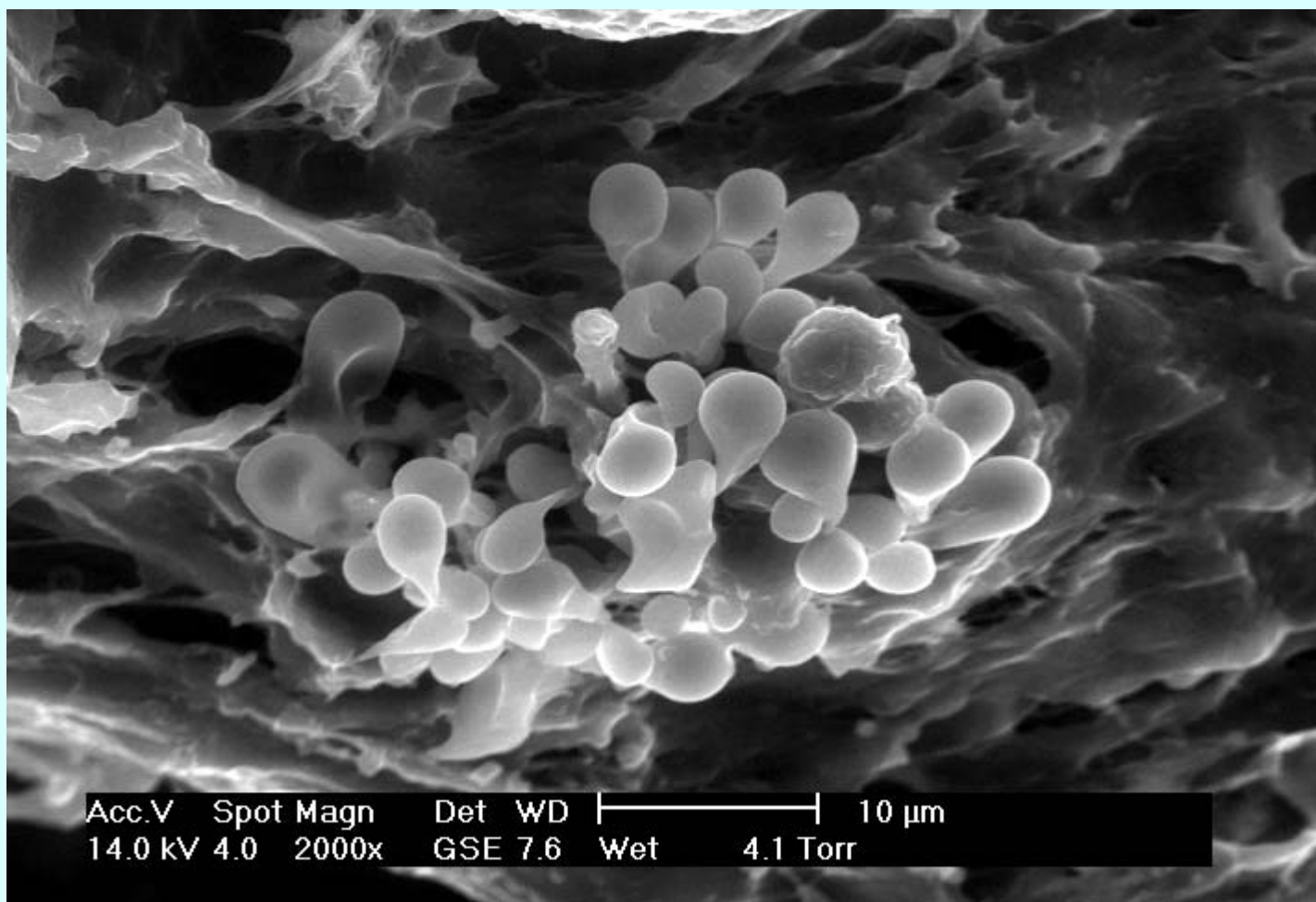
Osso con osteoporosi



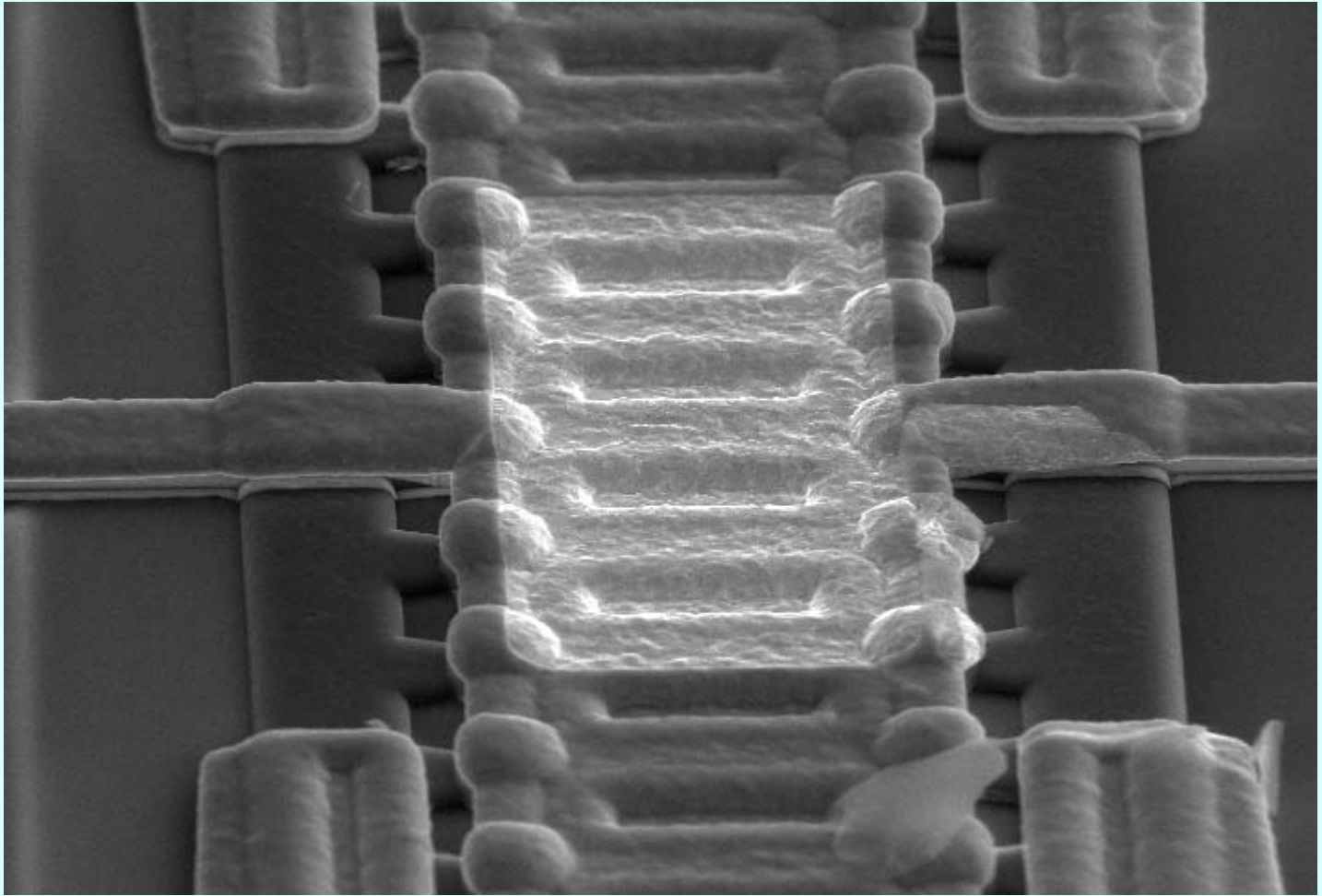
Tracce di rossetto su fibre



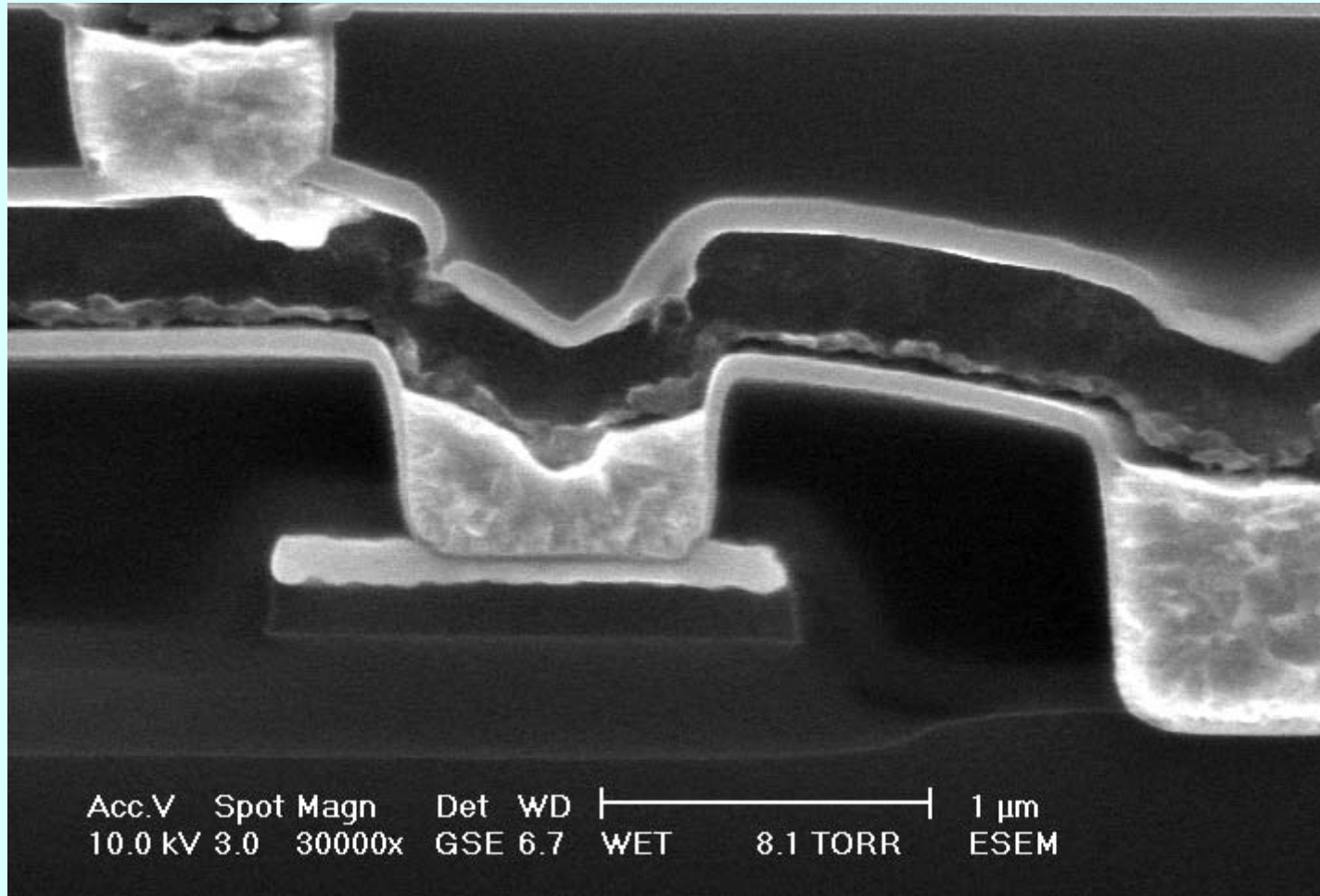
Tessuto infetto



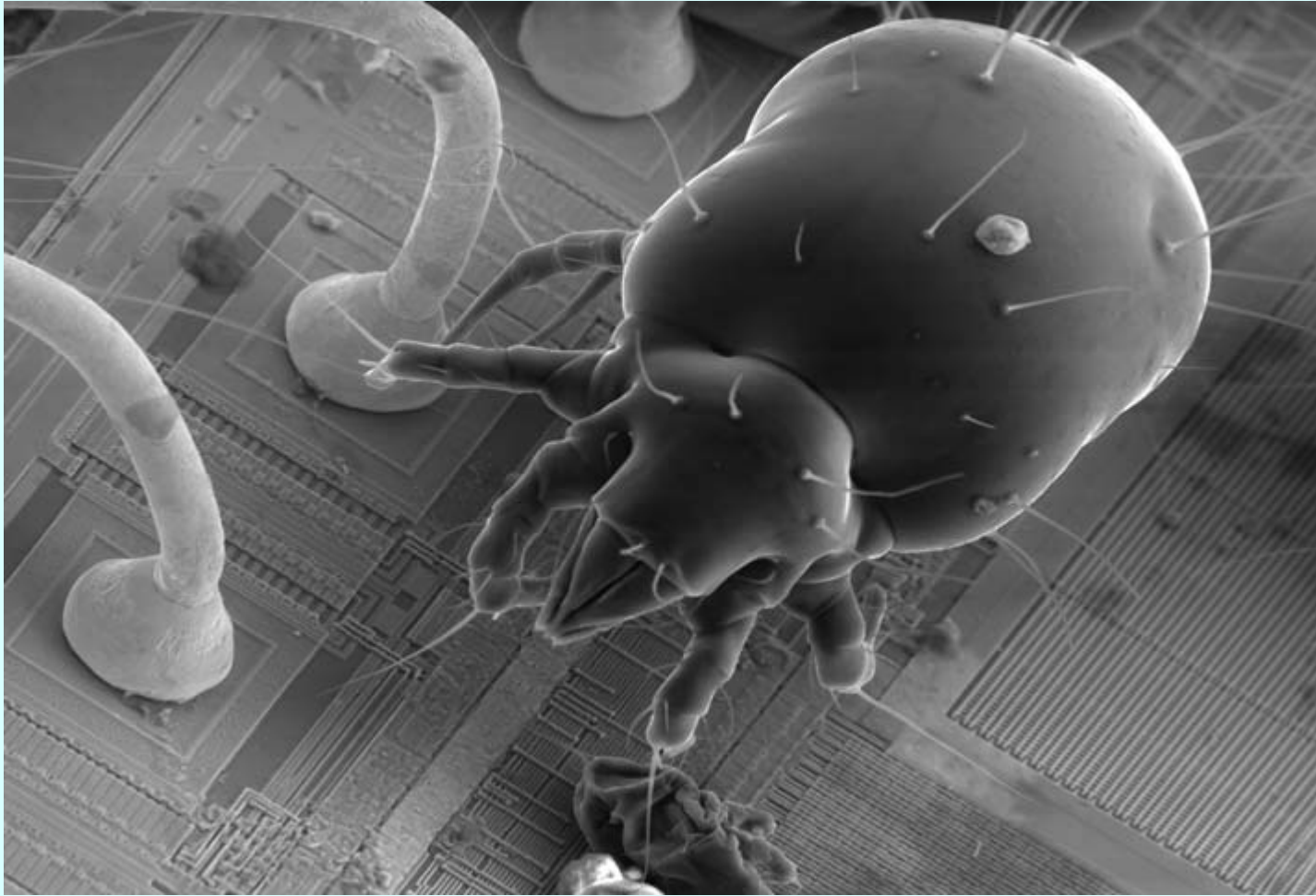
Sezione di circuito integrato



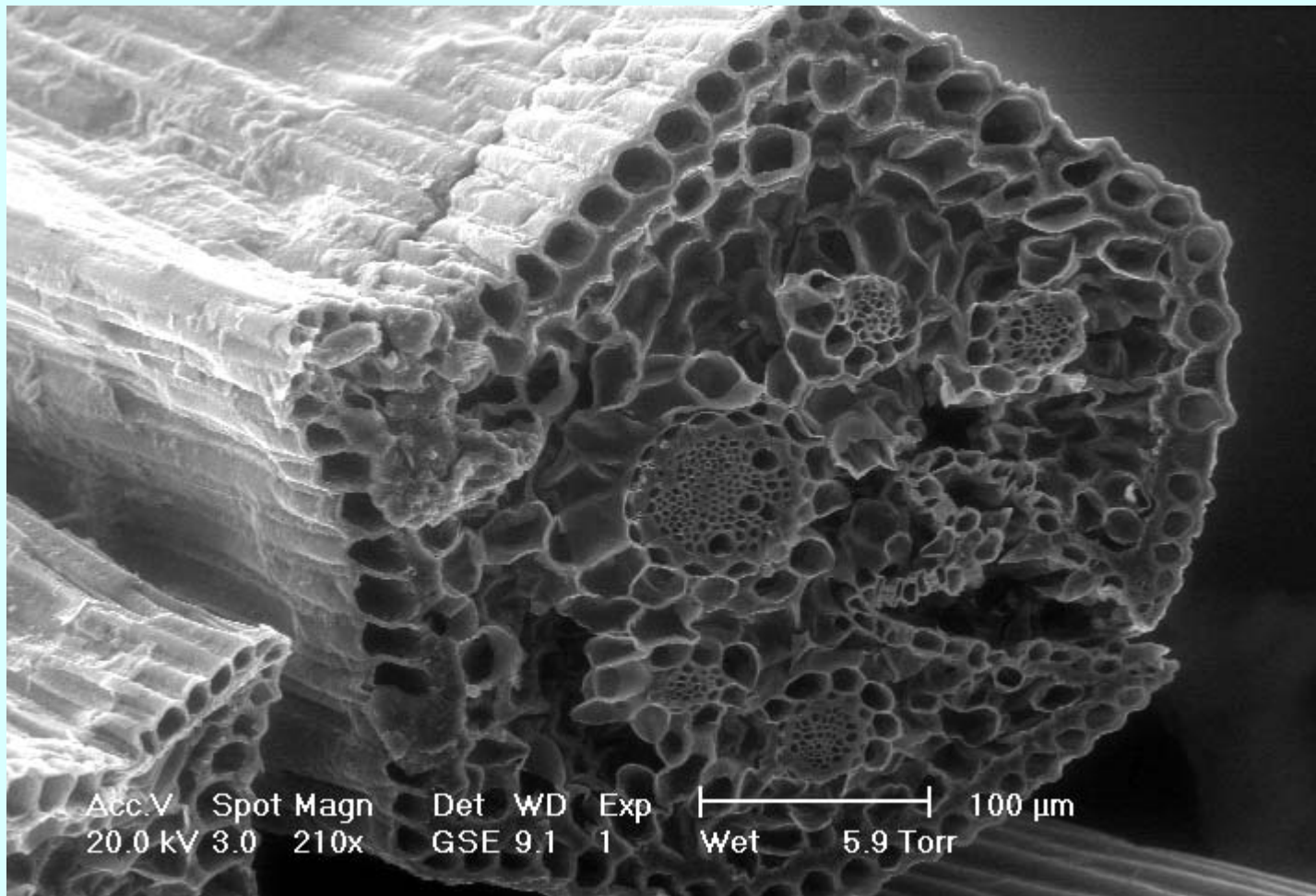
Sezione di circuito integrato



Insetto su circuito integrato



Sezione di filo d'erba



Ala di farfalla

