Transmission et rétrodiffusion d'électrons de haute énergie : dispositif expérimental et modèles analytiques

G. Soum, H. Ahmed, H. Pinna, P. Verdier

► To cite this version:

G. Soum, H. Ahmed, H. Pinna, P. Verdier. Transmission et rétrodiffusion d'électrons de haute énergie : dispositif expérimental et modèles analytiques. *Revue de Physique Appliquée*, 1985, 20 (12), pp.823-829. 10.1051/rphysap:019850020012082300 . jpa-00245398

HAL Id: jpa-00245398

<https://hal.science/jpa-00245398>

Submitted on 1 Jan 1985

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
79.20

Transmission et rétrodiffusion d'électrons de haute énergie : dispositif expérimental et modèles analytiques

G. Soum, H. Ahmed, H. Pinna et P. Verdier

Laboratoire d'Optique Electronique du C.N.R.S., associé à l'Université Paul Sabatier,
B.P. 4347, 31055 Toulouse Cedex, France

(Reçu le 30 avril 1985, révisé le 2 juillet, accepté le 2 août 1985)

Résumé. — La microscopie à balayage, la microanalyse, la physique spatiale ont besoin, d'un point de vue fondamental, de connaître le comportement des électrons dans la matière. Nous présentons dans cet article les coefficients de transmission et de rétrodiffusion de cibles amorphes ou polycristallines bombardées par un faisceau d'électrons monocinétiques. Nous décrivons l'appareillage entièrement automatisé, conçu et mis au point pour la mesure de ces coefficients caractéristiques. Nous donnons des lois semi-empiriques qui permettent de retrouver avec précision les résultats expérimentaux dans un vaste domaine énergétique (0,05 à 30 MeV).

Abstract. — A knowledge of electron behaviour in the matter is needed, from a fundamental point of view in scanning electron microscopy, electron microanalysis and in source fields of space physics. The transmission and backscattering coefficients of amorphous and polycrystalline samples bombarded with monoenergetic electron beams are presented. A completely automated apparatus designed for measuring the coefficients is described. Semi-empirical laws have been established. These accurately describe the experimental results for energies ranging from 0.5 to 30 MeV.

1. Introduction.

Pour les besoins de la microscopie à balayage, de la microanalyse ou de la physique spatiale, il est nécessaire de connaître le comportement des électrons dans la matière. Le premier point à déterminer est l'affaiblissement en intensité d'un faisceau de particules au fur et à mesure de sa pénétration dans un échantillon. C'est pourquoi, dans un domaine énergétique (0,5 à 3 MeV) peu étudié jusqu'ici, nous nous sommes proposés de mesurer les intensités électroniques transmises et rétrodiffusées par des objets amorphes ou polycristallins.

Dans ce qui suit, nous allons décrire l'appareillage entièrement automatisé que nous avons fait construire et mis au point. Nous montrerons ensuite un large éventail des résultats obtenus. Nous terminerons en donnant des lois semi-empiriques, qui, comme nous le verrons, débordent largement en ce qui concerne la rétrodiffusion, du cadre de notre étude.

2. Le dispositif expérimental.

2.1 PRINCIPE DE LA MANIPULATION. — Considérons un faisceau parallèle d'électrons monocinétiques tom-

bant normalement sur une feuille de matière d'épaisseur uniforme. Appelons I_0 le nombre des électrons qui arrivent sur l'échantillon par unité de temps, I_T et I_R la fraction du nombre de ces électrons qui sont respectivement transmis et rétrodiffusés. On appelle coefficients de transmission T et de rétrodiffusion R de la cible étudiée, les expressions $T = I_T/I_0$ et $R = I_R/I_0$.

2.2 DESCRIPTION ET CARACTÉRISTIQUES. — Le dispositif est placé dans un boîtier étanche qui se fixe au bas de la colonne du microscope 3 MeV du Laboratoire. L'appareil se compose essentiellement de trois éléments : une cage de Faraday supérieure pour la mesure du courant d'électrons rétrodiffusés, une cage de Faraday inférieure pour la mesure du courant d'électrons transmis et, entre les deux cages, un chariot porte-cibles qui assure le positionnement des échantillons sous le faisceau (Fig. 1). Dans ce même boîtier, après retrait des deux récepteurs ci-dessus, on peut facilement introduire une cage de Faraday pivotante pour l'étude des distributions angulaires des électrons transmis ou rétrodiffusés; ce travail en cours d'exécution fera l'objet d'une publication ultérieure.

Fig. 1. — Le dispositif expérimental.

[Experimental apparatus.]

La section du faisceau d'électrons incidents est déterminée par trois diaphragmes en tungstène, placés à l'entrée de la cage de Faraday supérieure, de 1 mm d'épaisseur et de diamètres respectifs 210, 205 et 200 μm ; ils réduisent ainsi le faisceau à 200 μm . Les mesures de parcours entier des électrons montrent que les électrons d'énergie 3 MeV ne peuvent traverser un échantillon de tungstène de 1 mm d'épaisseur [1].

Compte tenu des nécessités d'isolement électrique entre les deux cages et le chariot porte-cibles, l'ensemble est fixé sur un plateau en araldite. Ce dernier comporte les usinages nécessaires pour recevoir les cages de Faraday, les enveloppes de blindage de ces cages, les rails de guidage du chariot; ces rails sont de haute précision (Schneeberger R3).

Le chariot porte-cibles permet de faire défiler sous le faisceau d'électrons successivement 11 ou 17 échantillons. Il se déplace à une distance de 0,2 mm du bord des ouvertures des récepteurs et il est entraîné grâce à un câble par un moteur pas à pas.

La géométrie des deux cages de Faraday a été étudiée de telle manière que l'on recueille les électrons diffusés par la cible dans un cône de demi-angle au sommet de 80°. La fraction des électrons transmis ou rétrodiffusés dans un angle compris entre 80° et 90° et qui sont donc perdus, peut être considérée comme négligeable [2]. De plus, dans toutes nos mesures, nous avons gardé la même valeur de l'angle solide $\Omega = 1,65 \pi$ sous lequel de l'échantillon on voit l'ouverture des récepteurs; cette condition est remplie dans le cas de la rétrodiffusion en disposant les cibles sur des cales annulaires d'épaisseurs dûment calibrées. Le faisceau d'électrons incident arrive sur la cible par l'intermédiaire d'un fin canal percé dans l'axe de la cage de Faraday supérieure (Fig. 1); à ce canal correspond un angle solide de $4 \times 10^{-4} \pi$ dans lequel nous ne recueillons pas les électrons rétrodiffusés.

Dans la construction d'une cage de Faraday, plusieurs précautions doivent être prises pour éviter que les électrons incidents en ressortent sous forme d'électrons réfléchis ou secondaires émis par les parois. Afin de diminuer la probabilité de sortie des électrons, dans notre dispositif, l'ouverture des cages est de 10 mm, alors que leur diamètre est de 10 cm. Comme

l'émission secondaire s'effectue surtout dans une direction normale à la paroi d'émission, les parties inférieures des cages possèdent un cône à pointe vive. Enfin, pour éliminer la plus grande partie des électrons secondaires émis par les échantillons, ces derniers sont portés à un potentiel positif de 70 V par rapport aux deux cages.

Le parallélisme du faisceau d'électrons est assuré à mieux que 6×10^{-4} radian et les intensités incidentes I_0 sont de l'ordre de 10^{-7} A. La précision sur les mesures des intensités transmises ou rétrodiffusées est meilleure que 3 %.

2.3 LES RÉALISATIONS ÉLECTRONIQUES. — Avec des électrons de haute énergie, on a une émission importante de rayons X; afin de protéger les opérateurs, notre dispositif est entouré d'un château de plomb dont les parois ont 20 cm d'épaisseur. Il a donc été nécessaire de réaliser une commande électronique qui permette d'effectuer à distance : le centrage de l'ensemble par rapport à l'axe du microscope, le déplacement linéaire du chariot porte-cibles sous le faisceau et la rotation de la cage de Faraday pivotante.

Le centrage du dispositif s'opère à l'aide de deux moteurs placés sur un même plan (Fig. 1); l'axe du système et celui du microscope sont amenés en coïncidence à vitesse rapide ou lente.

La commande du chariot comporte quatre positions : « arrêt », « retrait », « initialisation » et « cible ». La position « retrait » permet la mise en place des échantillons et celle d'« initialisation » correspond à une cote à partir de laquelle les cibles peuvent défiler sous le faisceau. Le chariot est entraîné par un moteur pas à pas de 400 pas par tour. Un système logique câblé à circuit de type CMOS, permet d'amener le chariot en position « retrait » et « initialisation » et de le piloter pour les déplacements de cible à cible. Le schéma de principe de l'ensemble est représenté figure 2. Un affichage numérique et une série de voyants indiquent la cible étudiée, la position occupée par le chariot et la cage pivotante.

Les distributions angulaires des électrons transmis ou rétrodiffusés sont mesurées dans les demi-espaces inférieur et supérieur des échantillons. La cage de Faraday est dotée d'un mouvement de translation qui permet de l'éloigner des cibles et de la placer dans le demi-espace à explorer, Elle est positionnée avec une précision meilleure que le degré.

Le choix de l'angle est effectué à l'aide de trois roues codeuses. L'information numérique correspondante est traduite en tension de commande de l'asservissement de position à correction tachymétrique par un convertisseur numérique analogique à 1 000 positions. Un ensemble de sécurité interdit toute fausse manœuvre au cours du retrait de la cage.

Quoique d'une grande commodité, l'exploitation manuelle de ce dispositif peut s'avérer fastidieuse; en effet, pour un chargeur de 17 cibles, le nombre de mesures peut dépasser 400. Il est prévu d'interconec-

Fig. 2. — Principe de commande de l'appareillage.

[Diagram of the control system.]

ter cet appareil à un microordinateur chargé de piloter l'installation et d'enregistrer pour chaque point tous les paramètres. Compte tenu de la lenteur relative du déroulement de l'expérience (1 à 2 points de mesure par seconde) due à l'inertie mécanique et à la constante de temps qui affecte la lecture des courants mesurés, des traitements numériques de données peuvent être effectués en cours d'expérience.

2.4 LES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX. — Nous présentons les résultats relatifs aux coefficients globaux de transmission T et de rétrodiffusion R obtenus essentiellement avec des cibles d'aluminium, de cuivre, d'argent et d'or [3]. Ces échantillons de différentes épaisseurs x , sont bombardés sous une incidence normale par un faisceau parallèle d'électrons monochromatiques, dont l'énergie E_0 varie entre 0,5 et 3 MeV. Ces résultats complètent et recoupent en partie ceux obtenus par Verdier et Arnal de 50 keV à 1 MeV [4].

Pour un corps donné, T dépend de l'épaisseur x de l'échantillon et de l'énergie incidente E_0 . Disposant d'un grand nombre de points expérimentaux, nous donnons, dans la figure 3, une représentation qualitative à trois dimensions du coefficient de transmission pour des cibles d'aluminium. Ces figures obtenues à l'ordinateur, à partir de nos mesures, permettent de résumer les caractéristiques du phénomène de transmission.

Le coefficient de rétrodiffusion R pour un corps donné est aussi fonction de x et E_0 . Comme précédemment, dans la figure 4, nous donnons une représentation à trois dimensions de R pour des cibles d'argent. L'expérience montre qu'il se produit un phénomène de saturation; c'est-à-dire que pour E_0 donnée, le coefficient de rétrodiffusion qui augmentait avec x cesse de croître à partir d'une certaine épaisseur.

Fig. 3. — Coefficient de transmission pour des échantillons d'aluminium.

[Transmission coefficient for aluminium targets.]

Fig. 4. — Coefficient de rétrodiffusion pour des échantillons d'argent.

[Backscattering coefficient for silver targets.]

L'échantillon dont l'épaisseur est supérieure ou égale à cette valeur est dit massif pour l'énergie considérée et mince dans le cas contraire [1]. Enfin, si nous considérons une épaisseur déterminée, il est toujours possible de trouver une énergie telle que l'échantillon soit massif.

3. Etude analytique des phénomènes de transmission et de rétrodiffusion.

3.1 LA TRANSMISSION. — Malgré de nombreuses tentatives [5-7], aucune théorie n'a pu donner quantitativement le coefficient de transmission dans un large domaine énergétique et pour une grande variété d'éléments. Compte tenu de ces difficultés, des relations semi-empiriques ont été proposées comme celles de :

— Kanaya et Okayama [8] :

$$T = \exp - \frac{\gamma X}{1 - X} \quad \text{avec} \quad X = \frac{x}{r}, \quad \gamma = 0,187 Z^{2/3}.$$

— Verdier et Arnal [4] :

$$T = \exp - X^p \quad \text{avec} \quad X = \frac{x}{k \cdot r} \quad (1)$$

où r représente le parcours entier des électrons dans la matière et où les paramètres k et p sont fonction de la nature de l'échantillon examiné. Ainsi, en prenant pour variable X , pour un corps donné, les courbes de transmission se ramènent à une seule appelée courbe normale ou réduite.

Nous avons constaté que cette propriété, ainsi que les expressions précédentes, ne pouvaient être appliquées aux électrons d'énergie supérieure à 1 MeV. Comme plusieurs auteurs [4, 8] ont montré que les courbes de transmission étaient de la forme (1), il est donc nécessaire d'avoir une expression de p variant en fonction de E_0 afin de traduire correctement les résultats expérimentaux. Après quelques essais, nous avons abouti aux résultats suivants :

$$T = \exp - X^p \quad \text{avec} \quad X = \frac{x}{x_H} \quad (2)$$

$$x_H = c V^n \left(\frac{V}{V^*} \right)^a.$$

Les paramètres c , n et a sont donnés par les relations :

$$\begin{aligned} c &= \frac{3,39}{\rho} \times 10^{-2}; \\ n &= 0,75 + 1,38 \sqrt{\frac{Z}{A}} + \frac{6,22}{Z^2 \rho^2} \\ p &= \frac{8,75}{\text{Log } Z} \sqrt{\frac{Z}{A}} \left(\frac{V^*}{V} \right)^{0,284}; \\ a &= 0,825 - 10^{-2} Z^{0,38} \text{Log}(V \times 10^{-2}) \end{aligned} \quad (3)$$

où Z est le numéro atomique, A le nombre de masse et ρ la masse volumique en g/cm^3 des éléments étudiés. La tension d'accélération V des électrons incidents et sa valeur relativiste V^* correspondante s'expriment en kV et les épaisseurs x et x_H en microns.

Sur la figure 5, qui représente le coefficient de transmission en fonction de l'épaisseur pour différentes énergies dans le cas de cibles d'aluminium et de cuivre, les courbes ont été tracées à partir de l'expression (2); les points correspondent à nos mesures. On constate que l'accord est très convenable. Soulignons que les relations (2) et (3) traduisent aussi tous les résultats dans le domaine d'énergie allant de 0,05 à 3 MeV.

Fig. 5. — Comparaison des résultats expérimentaux relatifs à la transmission au modèle proposé.

[Comparison of experimental and theoretical results for the transmission coefficient.]

3.2 LA RÉTRODIFFUSION.

3.2.1 Modèle de rétrodiffusion déduit des expressions de la transmission. — Remarquant que les électrons rétrodiffusés sont transmis en retour, Verdier et Arnal supposent [9] que la loi qui donne l'affaiblissement du faisceau d'électrons rétrodiffusés a la même forme que pour la transmission, c'est-à-dire $\exp - X^p$; la variable réduite X doit toujours être comprise comme la

profondeur de matière et non comme la longueur de la trajectoire des électrons [1].

Soit $N(X) = 1 - T(X)$ la fraction des électrons qui ne sont pas transmis (absorbés et rétrodiffusés) par une couche de matière d'épaisseur X ; par suite, le nombre d'électrons diffusés en retour à la profondeur X par une épaisseur dX est :

$$dN = pX^{p-1} T(X) dX.$$

Si les distributions angulaires des électrons transmis et rétrodiffusés étaient identiques, parmi les dN non transmis, les dR rétrodiffusés traversent à nouveau l'épaisseur X . On poserait alors :

$$dR = \frac{T(2X)}{T(X)} dN.$$

Or les fonctions de distribution angulaire normalisées des électrons transmis et rétrodiffusés sont différentes [1, 2] et s'écrivent respectivement :

$$F_T(\theta) = \cos^2 \theta \quad \text{et} \quad F_R(\theta') = \cos \theta'.$$

En conséquence, les électrons rétrodiffusés à la profondeur X doivent retraverser une épaisseur $X_R > X$ que nous proposons de définir par :

$$\frac{X_R}{X} = \frac{\int_0^{\pi/2} \cos \theta' 2\pi \sin \theta' d\theta'}{\int_0^{\pi/2} \cos^2 \theta 2\pi \sin \theta d\theta} = 1,5.$$

Ainsi, les dR électrons rétrodiffusés à la profondeur X par la couche dX vérifient l'équation :

$$dR = \frac{T(2,5X)}{T(X)} dN = pX^{p-1} T(2,5X) dX.$$

En posant $U = 2,5X$, nous obtenons finalement comme expression du coefficient de rétrodiffusion $R(X)$ correspondant à un échantillon d'épaisseur X :

$$\begin{aligned} R(X) &= -\frac{1}{2,5^p} \int_0^{2,5X} pU^{p-1} T(U) dU \\ &= \frac{1}{2,5^p} [1 - T(2,5X)]. \end{aligned} \quad (4)$$

Pour un échantillon massif, l'expression devient :

$$R = \frac{1}{2,5^p}. \quad (5)$$

3.2.2 Comparaison avec les résultats expérimentaux.

— Les équations (4) et (5) sont séduisantes par leur simplicité relative tout comme celles déduites des modèles d'Archard [10] et d'Everhart [11]. Malheureusement, l'accord avec l'expérience est peu satisfaisant : les résultats précédents ne conviennent que

pour les corps de faible numéro atomique, à la fois en ce qui concerne les échantillons minces et massifs.

Nous proposons maintenant, comme l'ont pratiqué Everhart et Archard d'adapter notre modèle aux résultats expérimentaux. Pour cela, nous modifions dans les relations (4) et (5) l'expression de p de manière à décrire au mieux nos expériences. Nous avons donc été amenés à remplacer l'équation donnant p par la fonction p' suivante :

$$p' = a_1 \cdot a_2 \cdot a_3 \quad (6)$$

avec :

$$a_1 = 8,7(Z - 1)^{-1/2} - 0,34$$

$$a_2 = 1 + \frac{1}{2} \exp - \left(\frac{V}{0,19 Z^3} \right)^{1/2}$$

$$a_3 = \left[\frac{V^*}{V} + 9,4 \times 10^{-16} Z^{1,2} V^2 \right]^{0,35}.$$

Le coefficient a_1 permet de traduire la variation de R en fonction de Z , a_2 introduit le maximum des courbes et a_3 amène l'affaiblissement du coefficient de rétrodiffusion quand l'énergie augmente. Dans ces expressions, la tension V est exprimée en volts. Ainsi, les

Fig. 6. — Comparaison du modèle proposé aux résultats expérimentaux de la rétrodiffusion pour des échantillons massifs.

[Comparison of experimental and theoretical results for the backscattering by thick samples.]

coefficients de rétrodiffusion pour les échantillons minces et massifs s'écrivent respectivement :

$$R(X) = \frac{1}{2,5^p} [1 - T(2,5 X)] \quad (7)$$

$$R = \frac{1}{2,5^p}. \quad (8)$$

Les courbes en trait plein de la figure 6 traduisent la relation (8) précédente; on constate que l'accord est satisfaisant pour tous les corps étudiés entre 0,05 et 3 MeV et que le maximum du coefficient de rétrodiffusion des échantillons massifs est bien décrit. Nous avons relevé dans la littérature puis représenté sur la figure 7 les résultats expérimentaux obtenus par divers auteurs [12] relatifs aux échantillons massifs de carbone, d'aluminium, de cuivre, d'argent et d'or dans un domaine énergétique très vaste ($0,05 \text{ MeV} < E_0 < 20 \text{ MeV}$); on constate que l'expression que nous obtenons pour R décrit convenablement toutes ces mesures.

Fig. 7. — Rétrodiffusion d'électrons d'énergie comprise entre 0,05 et 20 MeV par des échantillons massifs.

[Backscattering of electrons by thick samples for energies ranging between 0.05 and 20 MeV.]

Fig. 8. — Comparaison du modèle proposé aux résultats expérimentaux de la rétrodiffusion pour des échantillons minces.

[Comparison of experimental and theoretical results for the backscattering by thin samples.]

Sur la figure 8, nous représentons les variations du coefficient de rétrodiffusion des échantillons minces données par notre modèle (7); les points expérimentaux

taux correspondent à nos mesures et l'on constate que les calculs précédents traduisent de façon satisfaisante nos expériences.

Les expressions (7) et (8) sont en bon accord avec l'ensemble des résultats expérimentaux à la fois pour des valeurs de numéro atomique, d'épaisseur de cible et de tension très différentes.

4. Conclusion.

Les résultats que nous venons de présenter, relatifs à des cibles amorphes ou polycristallines couvrent tous les domaines de diffusion : simple, plurale et multiple dans un vaste domaine énergétique (0,05 à 3 MeV). Ils ont été obtenus grâce à la réalisation et la mise au point d'un dispositif expérimental qui s'adapte à la colonne du microscope 3 MeV ; entièrement automatisé et d'une très grande fiabilité, cet appareillage a fourni un très grand nombre de résultats relatifs aux coefficients de transmission et de rétrodiffusion.

Il permet aussi la détermination des fonctions de distribution angulaire des électrons transmis directement ou en retour. Nous avons souligné qu'aucune théorie n'était capable d'intégrer l'ensemble des divers processus élémentaires pour décrire l'expérience de façon correcte. Aussi, nous proposons des lois semi-empiriques valables entre 0,05 et 20 MeV, qui traduisent avec précision les résultats expérimentaux, notamment au niveau de la variation du coefficient de rétrodiffusion avec l'énergie des électrons incidents.

Remerciements.

Les auteurs remercient Messieurs A. Garri, G. Mole, J. M. Negro et Ch. Villarzel qui, au Laboratoire d'Optique Electronique, ont permis la réalisation et la mise au point du dispositif expérimental.

References

- [1] SOUM, G., AHMED, H., ARNAL, F., JOUFFREY, B. and VERDIER, P., *Electron Beam Interactions with Solids*, SEM, Inc., AMF O'Hare (Chicago, IL 60666, USA) 1982, p. 173.
- [2] SOUM, G., ARNAL, F., JOUFFREY, B. and VERDIER, P., *J. Micr. Spect. Elec.* **9** (1984) 419.
- [3] SOUM, G., AHMED, H., ARNAL, F., JOUFFREY, B. and VERDIER, P., *J. Micr. Spect. Elec.* **9** (1984) 1.
- [4] DUPOUY, G., PERRIER, F., VERDIER, P. and ARNAL, F., *C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci.* **260** (1965) 6055.
- [5] COSSLETT, V. E. and THOMAS, R. N., *Brit. J. Appl. Phys.* **15** (1964) 883.
- [6] ZELLER, C. and RUSTE, J., *Revue Phys. Appl.* **4** (1975) 441.
- [7] CHANG, C. H., COOK, C. S. and PRIMAKOFF, H., *Phys. Rev.* **90** (1953) 544.
- [8] KANAYA, K. and OKAYAMA, S., *J. Appl. D : Appl. Phys.* **5** (1972) 43.
- [9] VERDIER, P. and ARNAL, F., *C.R. Hebd. Séan. Acad. Sci.* **B 268** (1969) 1101.
- [10] ARCHARD, C. D., *J. Appl. Phys.* **32** (1961) 1505.
- [11] EVERHART, T. E., *J. Appl. Phys.* **31** (1960) 1483.
- [12] TABATA, T., ITO, R. and OKABE, S., *Nucl. Instrum. Methods* **94** (1971) 509.